

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



4
A
WORLD INTELLECTUAL PROPERTY ORGANIZATION
INT'L SEARCH REPORT

(43) 国際公開日
2002年1月3日 (03.01.2002)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/00951 A1

(51) 国際特許分類: C22C 1/05

(21) 国際出願番号: PCT/JP01/05127

(22) 国際出願日: 2001年6月15日 (15.06.2001)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2000-193990 2000年6月28日 (28.06.2000) JP

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 田中貴金属工業株式会社 (TANAKA KIKINZOKU KOGYO K.K.) [JP/JP]; 〒103-8206 東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 庄司 亨 (SHOJI, Toru) [JP/JP]. 人見聰一 (HITOMI, Soichi) [JP/JP]. 高木

美和 (TAKAGI, Yoshikazu) [JP/JP]; 〒259-1146 神奈川県伊勢原市鈴川26番地 田中貴金属工業株式会社 伊勢原工場内 Kanagawa (JP). 渡辺嘉伸 (WATANABE, Yoshinobu) [JP/JP]; 〒243-0213 神奈川県厚木市飯山字台の岡2453番21号 田中貴金属工業株式会社 厚木工場内 Kanagawa (JP).

(74) 代理人: 田中大輔 (TANAKA, Daisuke); 〒113-0033 東京都文京区本郷1丁目15番2号 第1三沢ビル Tokyo (JP).

(81) 指定国(国内): CA, CN, IN, KR, US.

(84) 指定国(広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

添付公開書類:
— 國際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイドスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING PLATINUM MATERIAL REINFORCED WITH DISPERSED OXIDE

A1
A1 (54) 発明の名称: 酸化物分散強化型白金材料の製造方法

WO 02/00951 A1
(57) Abstract: A method for producing a platinum material reinforced with dispersed oxide, which comprises adding powdered platinum into water to prepare a platinum suspension, admixing the platinum dispersion with a zirconium nitrate solution and a urea solution, adjusting the mixed solution to a predetermined pH value to precipitate zirconium hydroxide, thereby forming a platinum carrying zirconium hydroxide, preparing a formed product from the platinum carrying zirconium hydroxide, subjecting the formed product to a sintering treatment and a forging treatment under conditions wherein the secondary recrystallization of platinum crystals proceeds, to form a platinum ingot, and subjecting the platinum ingot to a cold rolling treatment at a rolling reduction of 70% or more, followed by a recrystallization heat-treatment. The method allows more fine dispersion of zirconium oxide into a platinum material and thus the production of a platinum material reinforced with dispersed oxide having improved creep strength characteristics.

[続葉有]



(57) 要約:

本発明は、酸化ジルコニウムを白金材料中へ、より微細に分散することを可能とする酸化物分散強化白金材料の製造方法を提供し、酸化物分散強化型白金材料におけるクリープ強度特性の更なる向上の実現を目的としている。本発明は、白金中に酸化ジルコニウムを微細分散させた酸化物分散強化型白金材料の製造方法であって、粉末調製した白金を水に投入して白金懸濁液を作製し、該白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液と尿素溶液とを混合して、所定の pH 値に調整して、水酸化ジルコニウムを沈殿させて水酸化ジルコニウム担持白金を形成し、該水酸化ジルコニウム担持白金を回収して成形体を形成し、該成形体を、白金結晶の二次再結晶成長が進行する条件で焼結処理及び鍛造処理をして白金インゴットを形成し、該白金インゴットを加工率 70 % 以上の冷間圧延加工処理し、再結晶化熱処理を行うものとした。

明 細 書

酸化物分散強化型白金材料の製造方法

技術分野

本発明は、白金中に酸化物を分散させて酸化物分散強化型の白金材料を製造する方法に関し、特に、白金中に酸化ジルコニウムが微細分散された酸化物分散強化型白金材料の製造方法に関する。

背景技術

従来より、主にガラス溶解用の構造材料としては、高温強度特性に優れる白金材料が用いられている。この白金材料に要求される高温強度特性は、いわゆるクリープ強度であり、特にクリープ破断に至るまでの耐久時間をいかに長期化させるかが、白金材料開発における最重要課題とされている。

この強化白金におけるクリープ強度特性を向上させる手法として、従来より白金中に特定の酸化物を微細に分散させることが行われており、このような酸化物分散型強化白金材料として、酸化ジルコニウムを分散させたものが知られている。そして、この酸化ジルコニウムを微細分散させた白金材料の製造方法としては、例えば、粉末冶金法によるものや内部酸化法を用いる種々の製造方法が提案されている。

しかしながら、従来から行われている、酸化ジルコニウムを白金中に分散させる製造方法では、ある程度のクリープ強度、即ち、ある程度のクリープ破断寿命特性は確保できるものの、さらなるクリープ強度特性の向上を実現するには限界があるものと考えられている。

発明の開示

そこで、本発明では、酸化物分散強化型白金材料の新たな製造方法を提供することにより、酸化ジルコニウムを白金材料中へ、より微細に分散することを可能とし、酸化物分散強化型白金材料におけるクリープ強度特性の更なる向上の実現

を目的としている。

上記課題を解決するために、本発明者は銳意研究を重ねた結果、次のような酸化物分散強化白金の製造方法を見出すに至った。本発明は、白金中に酸化ジルコニウムを微細分散させた酸化物分散強化型白金材料の製造方法であって、粉末調製した白金を水に投入して白金懸濁液を作製し、該白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液と尿素溶液とを混合して、所定の pH 値に調整することで、水酸化ジルコニウムを沈殿させて水酸化ジルコニウム担持白金を形成し、該水酸化ジルコニウム担持白金を回収して成形処理することによって成形体とし、該成形体を、白金結晶の二次再結晶成長が進行する条件で焼結処理及び鍛造処理をして白金インゴットを形成し、該白金インゴットを、加工率 70 % 以上の冷間圧延加工処理をして再結晶化熱処理を行うものとした。

本発明の製造方法によると、酸化ジルコニウムが白金素地中に、極めて微細且つ均一に分散され、得られる白金材料のクリープ強度特性の向上、つまり、クリープ破断寿命の長期化が図れるのである。本発明の製造方法により得られる白金材料は、従来のものと同様に、白金中に酸化ジルコニウムを分散させた酸化物分散強化型の白金材料であるものの、従来に比べクリープ強度特性の向上が図られるのは、本発明の製造方法により得られる白金材料が、従来のものと比べ、酸化ジルコニウムが極めて微細且つ均一に分散された状態の組織構造になっているためと推測している。

従来の粉末冶金による白金材料の製造では、いわゆる共沈法（共同沈殿法）を利用して、白金に酸化ジルコニウムを担持させた状態の酸化ジルコニウム担持白金を形成したものや、白金にジルコニウムを添加した白金合金を、フレームガン等により水へ溶融噴霧することで白金粉末を形成したものを用い、成形、焼結処理して白金材料を得る方法が採られている。本発明に係る酸化物分散強化型の白金材料の製造方法では、これら従来のものと異なり、先に所定の粉末に調製した白金を準備し、その後、粉末調製された白金に対して、化学沈殿反応を利用して、水酸化ジルコニウムを担持した水酸化ジルコニウム担持白金を形成することに特徴がある。

そして、この水酸化ジルコニウム担持白金により成形体を形成し、焼結、鍛造、

冷間圧延処理、再結晶化熱処理を順次行うものである。本発明では、これらの処理工程のうち、焼結、鍛造処理を行う際、即ち、最終処理である再結晶化熱処理の前の段階において、白金の二次再結晶成長を進行させる条件で焼結、鍛造処理工程を進めることに特徴がある。以下、本発明に係る製造方法について、順を追つて詳説する。

まず、本発明における製造方法では、従来の共沈法と異なり、先に所定の粉末に調製した白金を準備し、その白金粉末で白金懸濁液を作製し、硝酸ジルコニウム溶液と尿素溶液とを混合して、所定の pH 値に調整することで、水酸化ジルコニウムを沈殿させて水酸化ジルコニウム担持白金を形成し、その水酸化ジルコニウムを回収して成形体を形成する。

このような方法で水酸化ジルコニウム担持白金を形成することは、予め白金のみの粉末調製を行うことになるので、後の成形、焼結処理に適した粒径を有する白金粉末として、適宜自在調製することが可能となる。また、粉末状の白金はガス吸着能が非常に高いものであるが、本発明の製造方法によれば、白金表面におけるガス吸着量が、白金表面に担持される水酸化ジルコニウムの存在によって低減されることになり、成型、焼結処理を行う際に問題となる吸着ガスによるポアの発生、即ち、最終的に得られる白金材料の内部欠陥発生を有効に防止することができる。

また、本発明の製造方法では、水酸化ジルコニウム担持白金を形成する場合、粉末調製した白金は熱処理されているものを使用することが好ましいものである。この熱処理とは、400°C以上の温度で行うもので、この熱処理がされてあると、後工程で行う成型、焼結処理で生じる吸着ガスによるポアの発生を極力抑制することができる。そして、この熱処理により、粉末調整した白金の表面が平滑な状態となるため、個々の白金表面へ、水酸化ジルコニウムを均一且つ微細に担持させることが可能となり、ひいては、白金材料中へ、極めて均一且つ微細に酸化ジルコニウムを分散できることになるからである。この熱処理は、粉末調製する際に同時的に行ってもよいし、或いは、粉末調製された後の白金に行ってもよいものである。

本発明に係る製造方法において、白金懸濁液へ、硝酸ジルコニウム溶液と共に

加えられる尿素溶液は、化学的沈殿反応制御が容易に行える点から好ましいものである。尿素は、加水分解によりアンモニアと二酸化炭素に分かれる反応を生じるが、この加水分解反応が比較的ゆっくりとした反応速度で進行するため、沈殿する水酸化ジルコニウムが、極めて均一に、そして微細に白金表面へ担持されるようになるからである。

この尿素溶液の添加方法としては、白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液を加え、攪拌しながら加熱沸騰し、尿素溶液を添加して更に沸騰状態で一定時間保持した後、加熱処理を停止するようにするか、或いは、白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液と尿素溶液とを加え、攪拌しながら 80°C 以上に加熱保持して所定の pH 値に調整した後、更に 80°C 以上で一定時間保持して、加熱処理を停止するようにすることが好ましい。この両添加方法において一定時間の保持は、30 分間以上することが、より望ましいものである。

この尿素溶液を加える場合、液温度が低い状態であると尿素の加水分解反応が非常に遅く、水酸化ジルコニウムの核成長が優先的に進行し、核発生があり起こらなくなる。そのため、水酸化ジルコニウムの核発生が頻繁に起こり、且つ核成長速度も最大となるように、加熱沸騰或いは 80°C 以上に加熱保持するのである。

そして、上記した尿素溶液による pH の調整は、化学的沈殿反応が終了する時点で、pH 4.5 ~ 11.0 の範囲となるようにすることが好ましく、より望ましくは pH 6.0 ~ 8.0 とする。pH 4.5 未満であると、水酸化ジルコニウムが生成されなくなり、pH 11.0 を越えると水酸化ジルコニウムが白金表面に担持されにくくなるからである。

さらに、本発明に係る酸化物分散強化白金材料の製造方法においては、白金懸濁液を作製する際の白金、即ち、予め粉末調製して準備する白金粉末の粒径は、0.05 ~ 1.0 μm の範囲のものを用いることが好ましい。0.05 μm 未満である白金粉末は、その調製が難しく、凝集してブリッジを形成しやすくなる。また、1.0 μm を越えると成形性が悪くなるとともに、個々の白金粉末表面に担持される水酸化ジルコニウムの分散性が悪くなり、最終的な再結晶化熱処理による二次再結晶成長にムラが生じやすくなる。このように 0.05 ~ 1.0 μm の粒径

範囲の白金粉末を用いると、個々の白金粒子表面に、水酸化ジルコニウムが極めて均一分散して担持されることになり、このような水酸化ジルコニウム担持白金を用いて、成形、焼結、鍛造処理を行うと、白金インゴット中に酸化ジルコニウムが微細に分散される。この白金インゴット中に微細分散された酸化ジルコニウムは、最終的な再結晶熱処理における二次再結晶成長を調整するインヒビターとして良好に機能すると共に、白金材料のクリープ強度特性を向上させる要因となる。

以上のような化学沈殿法により得られた水酸化ジルコニウム担持白金は、例えば、濾過により回収し、適当な乾燥処理をする。そして、本発明の製造方法では、この回収した水酸化ジルコニウム担持白金を用いて、成形、焼結、鍛造処理を順次行うものであるが、これらの各処理は、先に述べたように白金の二次再結晶成長が進行する条件で行う。

二次再結晶とは、結晶粒界エネルギーを駆動力として、粗大な小数の結晶粒を再結晶することをいうが、本発明に係る酸化物分散強化型白金材料の製造方法では、この二次再結晶が進行し易くなるように、水酸化ジルコニウム担持白金を成形、焼結、鍛造処理することが必要となる。

この成型方法としては一般的に知られている粉末冶金成形によって成形体とすることができる。例えば、金型成形や、いわゆるH I P（熱間等方圧成形）のように圧縮成形と焼結とを同時的に行う手法によってもかまわない。しかしながら、本発明者の研究結果では、本発明の製造方法における圧縮成形処理は、冷間等方圧成形によることが、より好ましいものと考えている。いわゆる金型成形である、一軸圧縮型の成形方法により水酸化ジルコニウム担持白金の粉末を押し固めて所定形状の成形体に加工することも可能であるが、冷間等方圧成形によれば、所定形状に押し固められる成形体内部において、白金の密度分布が非常に均一となり、後の焼結処理工程で、ムラのない、非常に均一な白金組織が得られることになるからである。

この冷間等方圧成形処理条件には特に制約はないが、酸化ジルコニウム担持白金をラバーモールドに充填し、成形圧力40 MPa以上（約408 kg/cm²以上）で成形処理を行うことが好ましい。成形圧力が40 MPa未満であると、

所定形状の成形体となるように押し固めることができず、焼結処理による結晶成長が良好に進行しないためである。成形圧力の上限値に特に制約はないが、成形処理を行う装置能力、成形体形状等の成形処理条件を考慮して適宜決定することができる。

そして、成形体を形成した後は、白金の二次再結晶成長を進行させる条件で、焼結及び鍛造処理を行う。この焼結処理により、成形体中の水酸化ジルコニウムは、酸化ジルコニウムに変化することになる。本発明の製造方法においては、水酸化ジルコニウム担持白金を回収したものを成形体とし、焼結処理によって、その水酸化ジルコニウムを酸化ジルコニウムに変化させることとしているが、回収した水酸化ジルコニウム担持白金を予め焼成処理し酸化ジルコニウム担持白金に変化させた後、その酸化ジルコニウム担持白金を用いて成形体として使用することもできる。

この焼結処理における焼結温度は1000～1400℃とすることが好ましい。焼結温度範囲を1000～1400℃とするのは、1400℃を越える温度で焼結すると、酸化ジルコニウムの粒子が粗大に成長し、最終的な白金材料中に酸化ジルコニウムを微細分散させることができなくなるからであり、また、1000℃未満の温度では、焼結による白金粒子同士の結合や結晶成長が十分に行われなくなるからである。この焼結処理を行う際、その雰囲気は特に制限されない。

そして、鍛造処理は1100～1400℃に加熱後、鍛造加工を行うことが好ましいものである。また、鍛造処理の加熱温度範囲を1100～1400℃とするのは、1400℃を超えると、酸化ジルコニウムの粒子が粗大に成長し、最終的な白金材料中に酸化ジルコニウムを微細分散させることができなくなるからであり、また、1100℃未満では、鍛造時に割れの発生が起こりやすくなるからである。この鍛造処理を行う際、その加工方法は特に制限されないものであるが、加熱温度が高温であることから、エアーハンマーの打撃による鍛造加工を行うことが好ましい。

以上のようにして成形、焼結、鍛造処理を行い白金インゴットを形成した後は、加工率70%以上、より好ましくは90%以上の条件で冷間圧延加工処理をして、再結晶化熱処理を行う。このときの再結晶化熱処理は、白金材料の特性から12

0 0 ℃未満の温度で行うと再結晶化が十分に進行しない傾向となる。従って、1 2 0 0 ℃以上の温度で行なうことが好ましく、最適再結晶化熱処理温度は、冷間圧延加工処理時の加工率等に対応させて適宜決定すればよいものである。

図面の簡単な説明

図 1 は、クリープ強度測定に使用した試験片の平面概略図である。図 2 は、従来例 1 の白金材料における金属断面組織を示す写真である。図 3 は、従来例 2 の白金材料における金属断面組織を示す写真である。図 4 は、実施例 1 の白金材料における金属断面組織を示す写真である。

発明を実施するための最良の形態

本発明の一実施形態について、以下に記載する実施例、従来例に基づいて説明する。

実施例 1： この実施例 1 では、予め粉末調製した Pt (白金) として、粒径約 0. 6 μm の Pt 粉末を用い、白金懸濁液と硝酸ジルコニウム溶液とを混合したものに、後から尿素溶液を添加して水酸化ジルコニウム担持白金を形成し、白金材料を製造した場合を示す。ここで使用した Pt 粉末の粉末調製は、粉末状にされた Pt (比表面積約 2 3 m^2/g) と CaCO_3 とを混合した懸濁液をボールミル処理し、その懸濁液を 1 1 0 0 ℃で高温熱処理し、その高温熱処理により得られる塊を水に投入した後、硝酸処理を行うものである。

まず、予め粉末調製された白金粉末 1 k g を、純水 1. 5 k g に投入し、白金懸濁液を作製した。そして、その白金懸濁液に、 $\text{Zr}(\text{NO}_3)_4$ 溶液 4. 5 6 g (濃度 9 6. 6 6 %) を加え混合溶液を作製し、この混合溶液の加熱沸騰を行った。

この加熱沸騰後、混合溶液へ、尿素 4. 0 g を水に溶解したものを添加し、pH 7. 0 に調整した。pH 調整後、沸騰状態で約 3 0 分間保持した後、加熱処理を停止した。このような操作により、混合溶液中の $\text{Zr}(\text{NO}_3)_4$ が $\text{Zr}(\text{OH})_4$ に変化して、 $\text{Zr}(\text{OH})_4$ の沈殿現象が生じた。この沈殿する $\text{Zr}(\text{OH})_4$ は、混合溶液中の Pt 粒子に担持された状態となっていた。

そして、この沈殿の生じた混合溶液を濾過することにより、水酸化ジルコニウム担持白金を回収した。回収した水酸化ジルコニウム担持白金は、洗浄処理後、
120°C大気雰囲気中で乾燥処理を行った。

この乾燥処理によって得られた水酸化ジルコニウム担持白金は、300 μmの篩を通過させた。そして、300 μm篩を通過した水酸化ジルコニウム担持白金は、ラバーモールドに充填され、98.1 MPa (1000 kg/cm²) の静水圧を加える冷間等方圧成形 (CIP) 処理を行うことで、所定形状の成形体を得た。

次に、このようにして得られた成形体は、1200°Cの大気雰囲気中にて、約1時間の焼結処理を施した。この焼結処理後の成形体は、1200°Cに加熱してエアーハンマーによる鍛造加工をすることで白金インゴットとした。

その後、この白金インゴットを、加工率90%となるように冷間圧延処理を行った。続いて、1400°C、1 hrの再結晶加熱処理を行うことにより、所定の白金材料を形成した。この実施例1での白金材料を分析したところ、ZrO₂が白金材料中に約0.12%分散しているものであることが判明した。

実施例2：この実施例2では、実施例1と同様のPt粉末を使用し、白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液と尿素溶液を同時に混合して、水酸化ジルコニウム担持白金を形成し、白金材料を製造した場合を示す。

Pt粉末1 kgを、純水1.5 kgに投入し、白金懸濁液を作製した。そして、その白金懸濁液に、Zr(NO₃)₄溶液4.56 g (濃度96.66%) と尿素4.0 gを水に溶解したものとを加え、90°Cに加熱保持をした。この90°Cの加熱保持のとき、尿素の加水分解によりpH 7.0となったのを確認後、更に90°Cの加熱状態で約30分間維持して、加熱処理を停止した。

このような操作により、混合溶液中のZr(NO₃)₄がZr(OH)₄に変化して、Zr(OH)₄の沈殿現象が生じた。この沈殿するZr(OH)₄は、混合溶液中の白金粒子に担持された状態となっていた。

そして、この水酸化ジルコニウム担持白金を混合溶液から濾過することにより回収した。回収した水酸化ジルコニウム担持白金は、洗浄処理後、120°C大気

雰囲気中で乾燥処理を行った。この乾燥処理を行った水酸化ジルコニウム担持白金を用い、成形、焼結、鍛造処理をした。

この実施例 2 では、水酸化ジルコニウム担持白金を形成した以後の製造条件等は、全て上記実施例 1 と同様であるために、詳細は省略する。この実施例 2 により得られた白金材料を分析したところ、 ZrO_2 が白金材料中に約 0. 12 % 分散しているものであることが判明した。

従来例 1：従来例 1 は、白金にジルコニウムを添加した白金合金を形成した後、該白金合金をフレームガン等により水へ溶融噴霧することで白金粉末を形成する、いわゆるフレーム溶射法を使用して白金粉末を形成し白金材料を製造する場合を示す。

この従来例 1 の製造方法は、まず、所定量のジルコニウムが含有された白金インゴットを真空溶解法により形成し、鍛造処理を行った。そして、この白金インゴットを溝ロール圧延することにより、伸線処理を行った。

この伸線処理されたものは、フレームガンを用いることにより、蒸留水浴に向けて溶融噴霧し、白金合金粉末とした。このようにして形成された白金合金粉末は、大気中、温度 1250°C、24 時間保持する酸化処理した。酸化処理した白金合金粉末は、金型成形により所定形状に圧縮成形を行い、その後 1250°C、1 時間の焼結処理を行った。そして、得られた成形体は、エアーハンマーによる形状加工処理を施し、加工率 90 % の冷間圧延処理をし、1400°C、1 hr の再結晶加熱処理を行うことにより、この従来例 1 の白金材料とした。従来例 1 で得られた白金材料は、 ZrO_2 が白金材料中に約 0. 16 % 分散しているものであった。

従来例 2：この従来例 2 は、いわゆる共同沈殿法により白金に酸化ジルコニウムを担持させた状態の白金粉末を形成し、その白金粉末を使用して白金材料を製造した場合を示す。

この従来例 2 では、ヘキサクロロ白金酸溶液及び硝酸ジルコニウム溶液を混合し、還元剤としてヒドラジンヒドаратと、pH 調整用の水酸化カルシウムとを

加えることによって、共同沈殿反応を生じさせることにより、 Pt-Zr(OH)_4 を得た。その後、濾過、乾燥処理をして焼成処理することにより、酸化ジルコニウム担持白金の粉末を形成した。

この共同沈殿法により得られた白金粉末は、黒鉛るつぼに装入して、1～2分間のタッピングによる振動を加えた後、第1焼結段階としてアルゴンガス雰囲気中、約6時間かけて800℃にまで加熱し、その後、この800℃の温度で2時間保持する処理を行った。そして、この第1焼結段階の終了した焼結体を、180度回転し、セラミック支持体上で、さらに第2の焼結を行った。この第2焼結段階は、約4時間かけて1600℃まで加熱し、この温度で3時間保持するものである。

この第2焼結段階の終了した焼結体は、更に、アルゴンガス雰囲気中で鍛造処理を行うことにより、焼結体密度が理論密度の90%程度になるまで加工した。この鍛造加工処理したものを、大気雰囲気中、1000℃で20分間焼鈍処理をし、冷間圧延加工を施することで、この従来例2の白金材料を製造した。この従来例2で得られた白金材料は、 ZrO_2 が白金中に約0.16%分散しているものであった。

ここで、上述した実施例1及び2、従来例1及び2の各白金材料について、高温クリープ特性を測定した結果について説明する。表1は各白金材料のクリープ強度特性を測定して得られた結果を示したものである。クリープ強度特性試験は、実施例及び従来例の各白金材料により、図1に示す試験片（試験片厚み1.0mm、図1中の数値単位はmm）を作製し、各試験片へ、種々の荷重を負荷した状態で、温度1400℃雰囲気中に放置した際のクリープ破断時間を調べることにより行ったものである。

【表1】

試験片	荷重(MPa)	クリープ破断時間(hr)
実施例1	14.5	104
	14.5	146
	14.5	186以上
	14.5	209以上
	14.5	221以上
実施例2	14.5	124
	14.5	150
	14.5	193以上
	14.5	204以上
	14.5	211以上
従来例1	14.5	7
	14.5	11
	14.5	20
従来例2	14.5	10
	14.5	14
	14.5	20
	15.0	20
	15.0	43
	15.0	58
	17.0	43
	20.0	9

表1に示すように実施例1及び実施例2は、荷重14.5MPaで測定した場合のクリープ破断時間を記載している。この結果のうち、例えば186以上と記載しているものは、186時間経過しても破断に至らなかつたことを表している。

表1中の従来例1及び従来例2の結果と、実施例1及び実施例2の結果を比較すれば判るように、実施例1及び実施例2の白金材料の方が明らかにクリープ強度特性に優れている。そして、荷重14.5 MPaの場合で考えると、実施例1及び実施例2のクリープ破断寿命は、従来例1及び従来例2のクリープ破断寿命の約4倍以上に長期化されていることが判った。

次に、実施例1により得られた白金材料の金属組織を観察した結果について説明する。図2には従来例1、図3には従来例2、図4には実施例1の白金材料について、1400°C、1 hrの再結晶加熱処理を行った後の断面組織を金属顕微鏡で観察したものを見ている（倍率100）。

この図2～図4を見ると判るように、従来例1及び2と実施例1とで見られる金属組織状態において、白金結晶粒の大きさ、分布状態等に特段の相違がないことを確認した。この断面組織の観察では酸化ジルコニアの分散状態を直接確認できなかったため、各白金材料の白金成分だけを溶解して、酸化ジルコニアの分散状態をSEM観察したところ、従来例1及び従来例2における酸化ジルコニアの分散状態に比べ、明らかに実施例1の方が微細に且つ均一な状態で酸化ジルコニアを分散していることが認められた。従って、この実施例1の白金材料は、白金結晶粒の大きさや分布状態などについての金属組織的には、従来のものと同様であるが、従来例1及び2のものに比べ、酸化ジルコニアが微細に且つ均一に白金中に分散されている結果、クリープ強度特性が向上されたものと推測できる。

産業上の利用可能性

本発明によれば、ジルコニア酸化物を白金中へ、より微細に且つ均一に分散することが可能となり、酸化物分散強化型の白金材料におけるクリープ強度特性を更に向上することができ、ガラス溶解用の構造材料と極めて好適なものを製造することが可能となる。

請 求 の 範 囲

1. 白金中に酸化ジルコニウムを微細分散させた酸化物分散強化型白金材料の製造方法であって、

粉末調製した白金を水に投入して白金懸濁液を作製し、

該白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液と尿素溶液とを混合して、所定の pH 値に調整することで、水酸化ジルコニウムを沈殿させて水酸化ジルコニウム担持白金を形成し、

該水酸化ジルコニウム担持白金を回収して成形処理することによって成形体とし、

該成形体を、白金結晶の二次再結晶成長が進行する条件で焼結処理及び鍛造処理をして白金インゴットを形成し、

該白金インゴットを加工率 70 % 以上の冷間圧延加工処理をした後、再結晶化熱処理を行うものである酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

2. 粉末調製した白金は、熱処理をされたものである請求の範囲 1 に記載の酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

3. 白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液を加え攪拌しながら加熱沸騰し、尿素溶液を添加して更に沸騰状態で一定時間保持した後、加熱処理を停止するものである請求の範囲 1 又は 2 に記載の酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

4. 白金懸濁液に硝酸ジルコニウム溶液と尿素溶液とを加え、攪拌しながら 80 °C 以上に加熱保持して所定の pH 値に調整した後、更に 80 °C 以上で一定時間保持して、加熱処理を停止するものである請求の範囲 1 又は 2 に記載の酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

5. pH 値の調整は、pH 4.5 ~ 11.0 の範囲とする請求の範囲 1 ~ 4 のいずれかに記載の酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

6. 白金懸濁液を作製する際の白金は、粒径 0.05 ~ 10 μm の粉末に調製されたものである請求の範囲 1 ~ 5 のいずれかに記載の酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

7. 焼結処理は、焼結温度 1000 ~ 1400 °C で行うものである請求の範囲 1 ~ 6 のいずれかに記載の酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

8. 鍛造処理は、1100～1400℃に加熱後鍛造加工を行うものである請求の範囲1～7のいずれかに記載の酸化物分散強化型白金材料の製造方法。

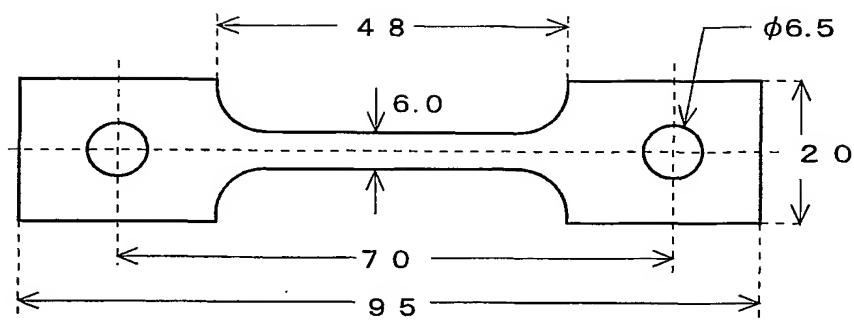


図 1.

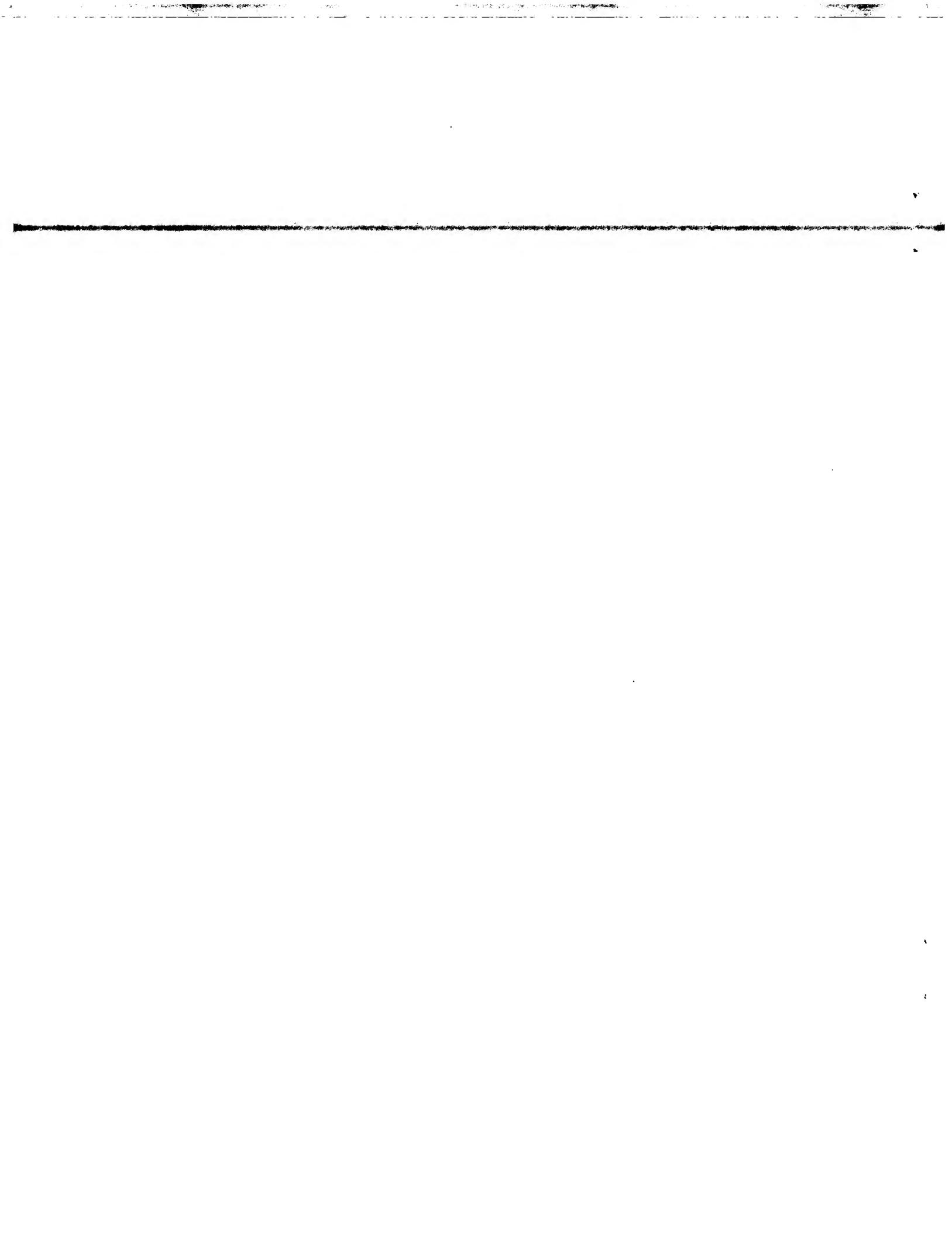




図 2 .



図 3 .

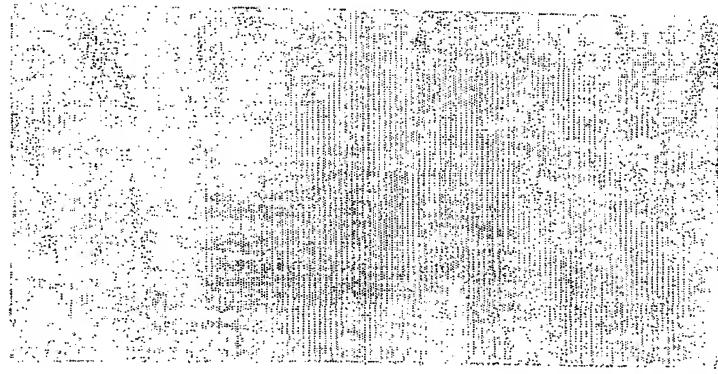
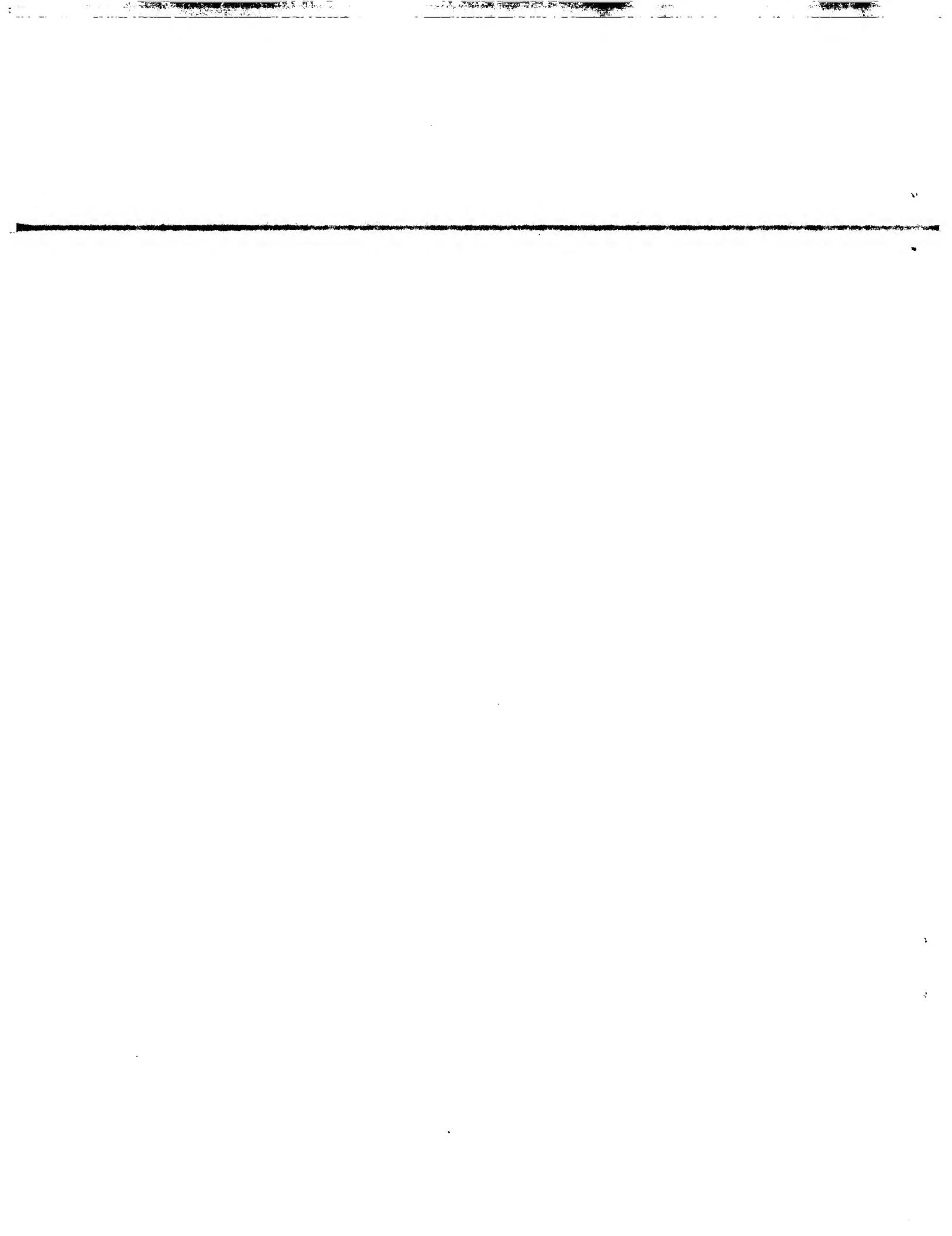


図 4 .



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/05127

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C22C 1/05

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C22C 1/05Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-160268 A (Tanaka Kikinzoku Kogyo K.K.), 13 June, 2000 (13.06.00) (Family: none)	1-8

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

- * Special categories of cited documents:
- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
06 September, 2001 (06.09.01)Date of mailing of the international search report
18 September, 2001 (18.09.01)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP01/05127

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int. C17 C22C 1/05

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. C17 C22C 1/05

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリーエ	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-160268 A (田中貴金属工業株式会社), 13. 6月. 2000 (13. 06. 00) (ファミリーなし)	1-8

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリ

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であつて出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であつて、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であつて、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06.09.01

国際調査報告の発送日

18.09.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官(権限のある職員)

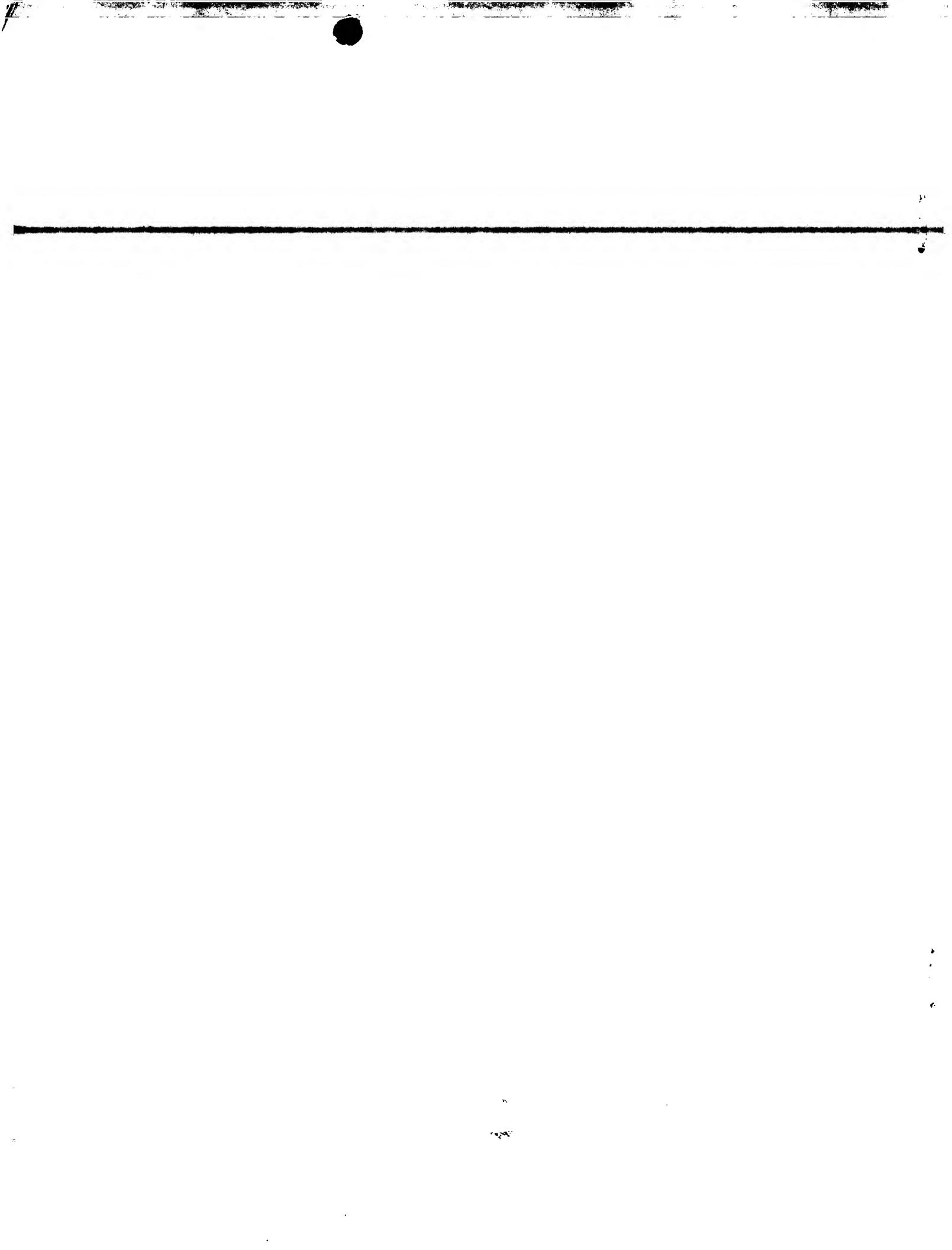
平塚 義三

4K

7371



電話番号 03-3581-1101 内線 6720



特許協力条約

発信人 日本国特許庁（国際調査機関）

出願人代理人

田中 大輔

殿

あて名

〒 113-0033

東京都文京区本郷1丁目15番2号
第1三沢ビル

PCT

国際調査報告又は国際調査報告を作成しない旨
の決定の送付の通知書(法施行規則第41条)
〔PCT規則44.1〕発送日
(日.月.年)

18.09.01

出願人又は代理人
の書類記号 TK0186PCT

今後の手続きについては、下記1及び4を参照。

国際出願番号
PCT/JP01/05127国際出願日
(日.月.年) 15.06.01出願人（氏名又は名称）
田中貴金属工業株式会社

1. 国際調査報告が作成されたこと、及びこの送付書とともに送付することを、出願人に通知する。
PCT19条の規定に基づく補正書及び説明書の提出

出願人は、国際出願の請求の範囲を補正することができる（PCT規則46参照）。

いつ 補正書の提出期間は、通常国際調査報告の送付の日から2月である。

詳細については添付用紙の備考を参照すること。

どこへ 直接次の場所へ

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland
Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

詳細な手続については、添付用紙の備考を参照すること。

2. 国際調査報告が作成されないこと、及び法第8条第2項（PCT17条(2)(a)）の規定による国際調査報告を作成しない旨の決定をこの送付書とともに送付することを、出願人に通知する。

3. 法施行規則第44条（PCT規則40.2）に規定する追加手数料の納付に対する異議の申立てに関して、出願人に下記の点を通知する。

- 異議の申立てと当該異議についての決定を、その異議の申し立てと当該異議についての決定の両方を指定官庁へ送付することを求める出願人の請求とともに、国際事務局へ送付した。
- 当該異議についての決定は、まだ行われていない。決定されしだい出願人に通知する。

4. 今後の手続： 出願人は次の点に注意すること。

優先日から18月経過後、国際出願は国際事務局によりすみやかに国際公開される。出願人が公開の延期を望むときは、国際出願又は優先権の主張の取下げの通知がPCT規則90の2.1及び90の2.3にそれぞれ規定されているように、国際公開の事務的な準備が完了する前に国際事務局に到達しなければならない。

出願人が優先日から30月まで（官庁によってはもっと遅く）国内段階の開始を延期することを望むときは、優先日から19月以内に、国際予備審査の請求書が提出されなければならない。

国際予備審査の請求書若しくは、後にする選択により優先日から19箇月以内に選択しなかった又は第II章に拘束されないため選択できなかつたすべての指定官庁に対しては優先日から20月以内に、国内段階の開始のための所定手続を取らなければならない。

名称及びあて名
日本国特許庁（ISA/JP）
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

権限のある職員
特許庁長官

4K	7371
----	------

電話番号 03-3581-1101 内線 6720



注 意

1. 国際調査報告の発送日から起算する条約第19条(1)及び規則46.1に従う国際事務局への補正期間に注意してください。
2. 条約22条(2)に規定する期間に注意してください。
3. 文献の写しの請求について

国際調査報告に記載した文献の複写

特許庁にこれらの引用文献の写しを請求することができますが、独立行政法人工業所有権総合情報館（特許庁庁舎2階）で公報類の閲覧・複写および公報以外の文献複写等の取り扱いをしています。

[担当及び照会先]

〒100-0013 東京都千代田区霞が関3丁目4番3号（特許庁庁舎2階）
独立行政法人工業所有権総合情報館
【公 報 類】 閲覧部 TEL 03-3581-1101 内線3811～2
【公報以外】 資料部 TEL 03-3581-1101 内線3831～3

また、（財）日本特許情報機構でも取り扱いをしています。

これらの引用文献の複写を請求する場合は下記の点に注意してください。

[申込方法]

- (1) 特許（実用新案・意匠）公報については、下記の点を明記してください。
 - 特許・実用新案及び意匠の種類
 - 出願公告又は出願公開の年次及び番号（又は特許番号、登録番号）
 - 必要部数
- (2) 公報以外の文献の場合は、下記の点に注意してください。
 - 国際調査報告の写しを添付してください（返却します）。

[申込み及び照会先]

〒135-0016 東京都江東区東陽4-1-7 佐藤ビル
財団法人 日本特許情報機構 情報処理部業務課
TEL 03-3508-2313

注意 特許庁に対して文献の写しの請求をすることができる期間は、国際出願日から7年です。



様式PCT/ISA/220の備考

この備考は、PCT 19条の規定に基づく補正書の提出に関する基本的な指示を与えるためのものである。この備考は特許協力条約並びにこの条約に基づく規則及び実施細則の規定に基づいている。この備考とそれらの規定とが相違する場合には、後者が適用される。詳細な情報については、WIPOの出版物であるPCT出願人の手引も参照すること。

PCT 19条の規定に基づく補正書の提出に関する指示

出願人は、国際調査報告を受領した後、国際出願の請求の範囲を補正する機会が一回ある。しかし、国際出願のすべての部分（請求の範囲、明細書及び図面）が、国際予備審査の手続においても補正できるもので、例えば出願人が仮保護のために補正書を公開することを希望する場合又は国際公開前に請求の範囲を補正する別の理由がある場合を除き、通常PCT 19条の規定に基づく補正書を提出する必要はないことを強調しておく。さらに、仮保護は一部の国のみで与えられるだけであることも強調しておく。

補正の対象となるもの

PCT 19条の規定により請求の範囲のみ補正することができる。

国際段階においてPCT 34条の規定に基づく国際予備審査の手続きにおいて請求の範囲を（更に）補正することができます。

明細書及び図面は、PCT 34条の規定に基づく国際予備審査の手続においてのみ補正することができる。

国内段階に移行する際、PCT 28条（又はPCT 41条）の規定により、国際出願のすべての部分を補正することができます。

いつ

国際調査報告の送付の日から2月又は優先日から16月の内どちらか遅く満了するほうの期間内。しかし、その期間の満了後であっても国際公開の技術的な準備の完了前に国際事務局が補正を受領した場合には、その補正書は、期間内に受理されたものとみなすことを強調しておく（PCT規則46.1）。

補正書を提出すべきところ

補正書は、国際事務局のみに提出でき、受理官庁又は国際調査機関には提出してはいけない（PCT規則46.2）。国際予備審査の請求書を出した／する場合については、以下を参照すること。

どのように

1以上の請求の範囲の削除、1以上の新たな請求の範囲の追加、又は1以上の請求の範囲の記載の補正による。
差替え用紙は、補正の結果、出願当初の用紙と相違する請求の範囲の各用紙毎に提出する。

差替え用紙に記載されているすべての請求の範囲には、アラビア数字を付さなければならない。請求の範囲を削除する場合、他の請求の範囲の番号を付け直す必要はない。請求の範囲の番号を付け直す場合には、連続番号で付け直さなければならない（PCT実施細則第205号(b)）。
補正は国際公開の言語で行う。

補正書にどのような書類を添付しなければならないか

書簡（PCT実施細則第205号(b)）

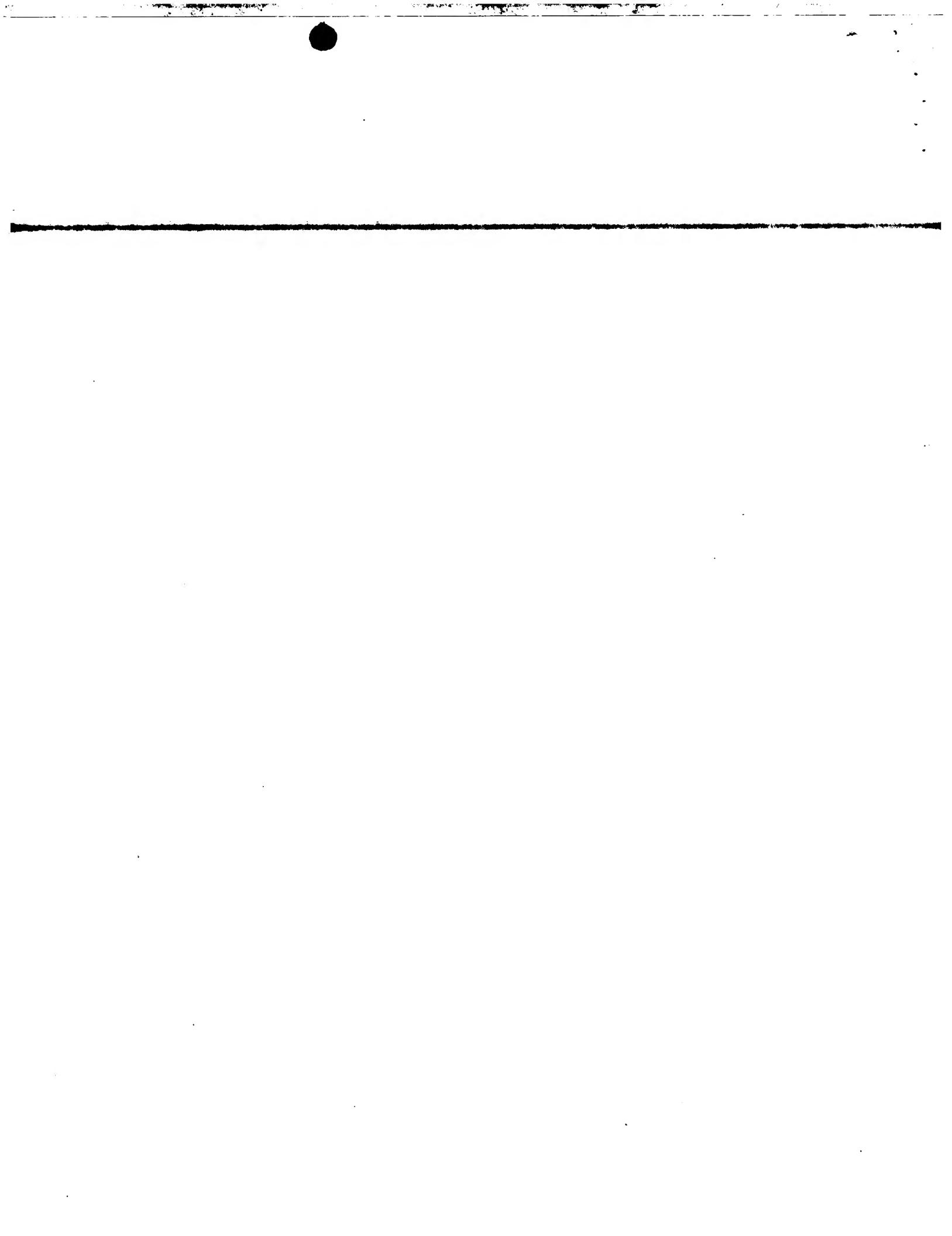
補正書には書簡を添付しなければならない。

書簡は国際出願及び補正された請求の範囲とともに公開されることはない。これを「PCT 19条(1)に規定する説明書」と混同してはならない（「PCT 19条(1)に規定する説明書」については、以下を参照）。

書簡は、英語又は仏語を選択しなければならない。ただし、国際出願の言語が英語の場合、書簡は英語で、仏語の場合、書簡は仏語で記載しなければならない。

書簡には、出願時の請求の範囲と補正された請求の範囲との相違について表示しなければならない。特に、国際出願に記載した各請求の範囲との関連で次の表示（2以上の請求の範囲についての同一の表示する場合は、まとめることができる。）をしなければならない。

- (i) この請求の範囲は変更しない。
- (ii) この請求の範囲は削除する。
- (iii) この請求の範囲は追加である。
- (iv) この請求の範囲は出願時の1以上の請求の範囲と差し替える。
- (v) この請求の範囲は出願時の請求の範囲の分割の結果である。



様式PCT/ISA/220の備考（続き）

次に、添付する書簡中での、補正についての説明の例を示す。

1. [請求の範囲の一部の補正によって請求の範囲の項数が48から51になった場合] :
“請求の範囲1-29、31、32、34、35、37-48項は、同じ番号のもとに補正された請求の範囲と置き換えられた。請求の範囲30、33及び36項は変更なし。新たに請求の範囲49-51項が追加された。”
2. [請求の範囲の全部の補正によって請求の範囲の項数が15から11になった場合] :
“請求の範囲1-15項は、補正された請求の範囲1-11項に置き換えられた。”
3. [原請求の範囲の項数が14で、補正が一部の請求の範囲の削除と新たな請求の範囲の追加を含む場合] :
“請求の範囲1-6及び14項は変更なし。請求の範囲7-13は削除。新たに請求の範囲15、16及び17項を追加。”又は
“請求の範囲7-13は削除。新たに請求の範囲15、16及び17項を追加。その他の全ての請求の範囲は変更なし。”
4. [各種の補正がある場合] :
“請求の範囲1-10項は変更なし。請求の範囲11-13、18及び19項は削除。請求の範囲14、15及び16項は補正された請求の範囲14項に置き換えられた。請求の範囲17項は補正された請求の範囲15、16及び17項に分割された。新たに請求の範囲20及び21項が追加された。”

“PCT19条(1)の規定に基づく説明書”（PCT規則46.4）

補正書には、補正並びにその補正が明細書及び図面に与える影響についての説明書を提出することができる（明細書及び図面はPCT19条(1)の規定に基づいては補正できない）。

説明書は、国際出願及び補正された請求の範囲とともに公開される。

説明書は、国際公開の言語で作成しなければならない。

説明書は、簡潔でなければならず、英語の場合又は英語に翻訳した場合に500語を越えてはならない。

説明書は、出願時の請求の範囲と補正された請求の範囲との相違を示す書簡と混同してはならない。説明書を、その書簡に代えることはできない。説明書は別紙で提出しなければならず、見出しを付すものとし、その見出しが“PCT19条(1)の規定に基づく説明書”の語句を用いることが望ましい。

説明書には、国際調査報告又は国際調査報告に列記された文献との関連性に関して、これらを誹謗する意見を記載してはならない。国際調査報告に列記された特定の請求の範囲に関する文献についての言及は、当該請求の範囲の補正に関するのみ行うことができる。

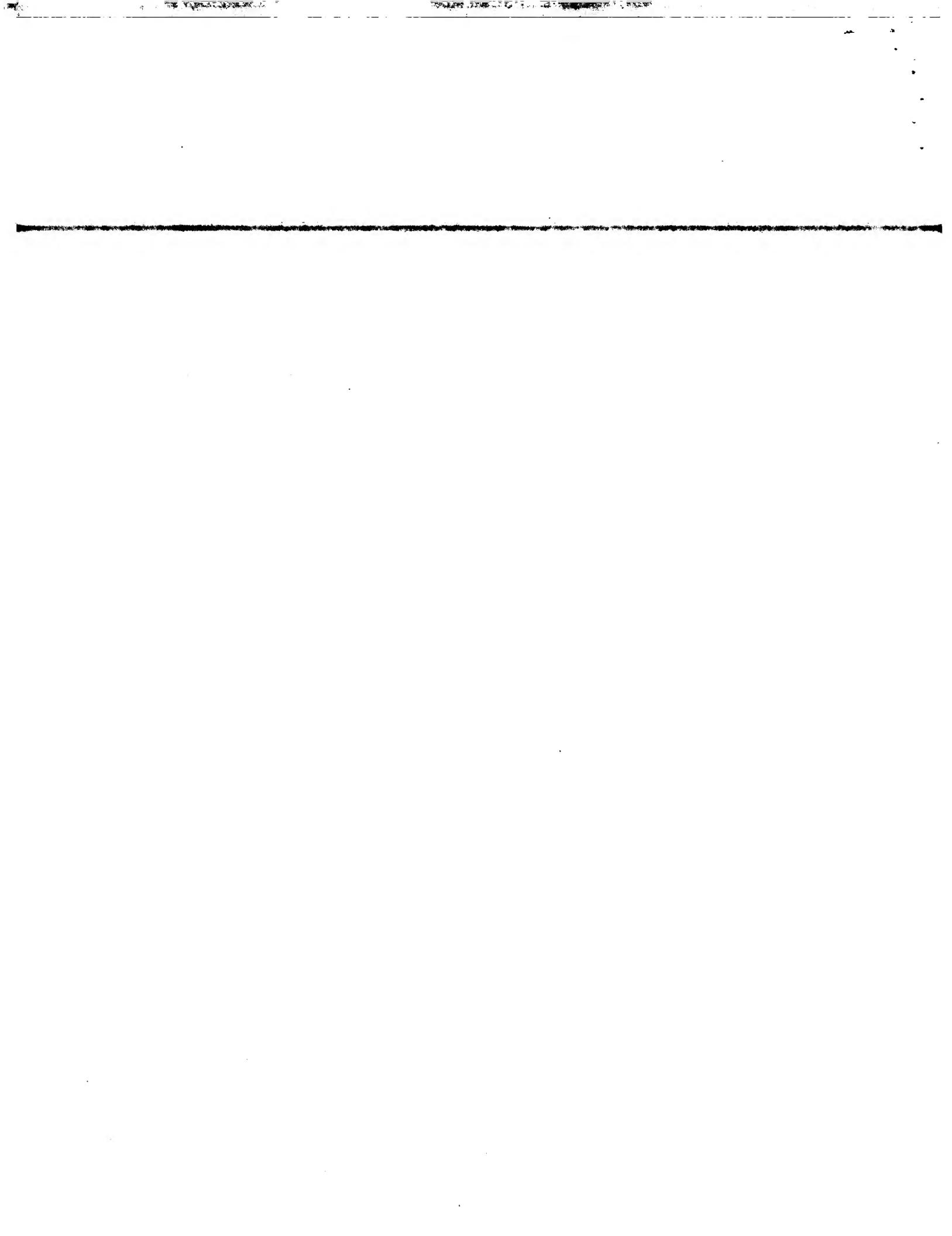
国際予備審査の請求書が提出されている場合

PCT19条の規定に基づく補正書及び添付する説明書の提出の時に国際予備審査の請求書が既に提出されている場合には、出願人は、補正書（及び説明書）を国際事務局に提出すると同時にその写し及び必要な場合、その翻訳文を国際予備審査機関にも提出することが望ましい（PCT規則55.3(a)、62.2の第1文を参照）。詳細は国際予備審査請求書（PCT/IPEA/401）の注意書参照。

国内段階に移行するための国際出願の翻訳について

国内段階に移行する際、PCT19条の規定に基づいて補正された請求の範囲の翻訳を出願時の請求の範囲の翻訳の代わりに又は追加して、指定官庁／選択官庁に提出しなければならないこともあるので、出願人は注意されたい。

指定官庁／選択官庁の詳細な要求については、PCT出願人の手引きの第II巻を参照。



特許協力条約

PCT

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 TK0186PCT	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JP01/05127	国際出願日 (日.月.年) 15.06.01	優先日 (日.月.年) 28.06.00
出願人(氏名又は名称) 田中貴金属工業株式会社		

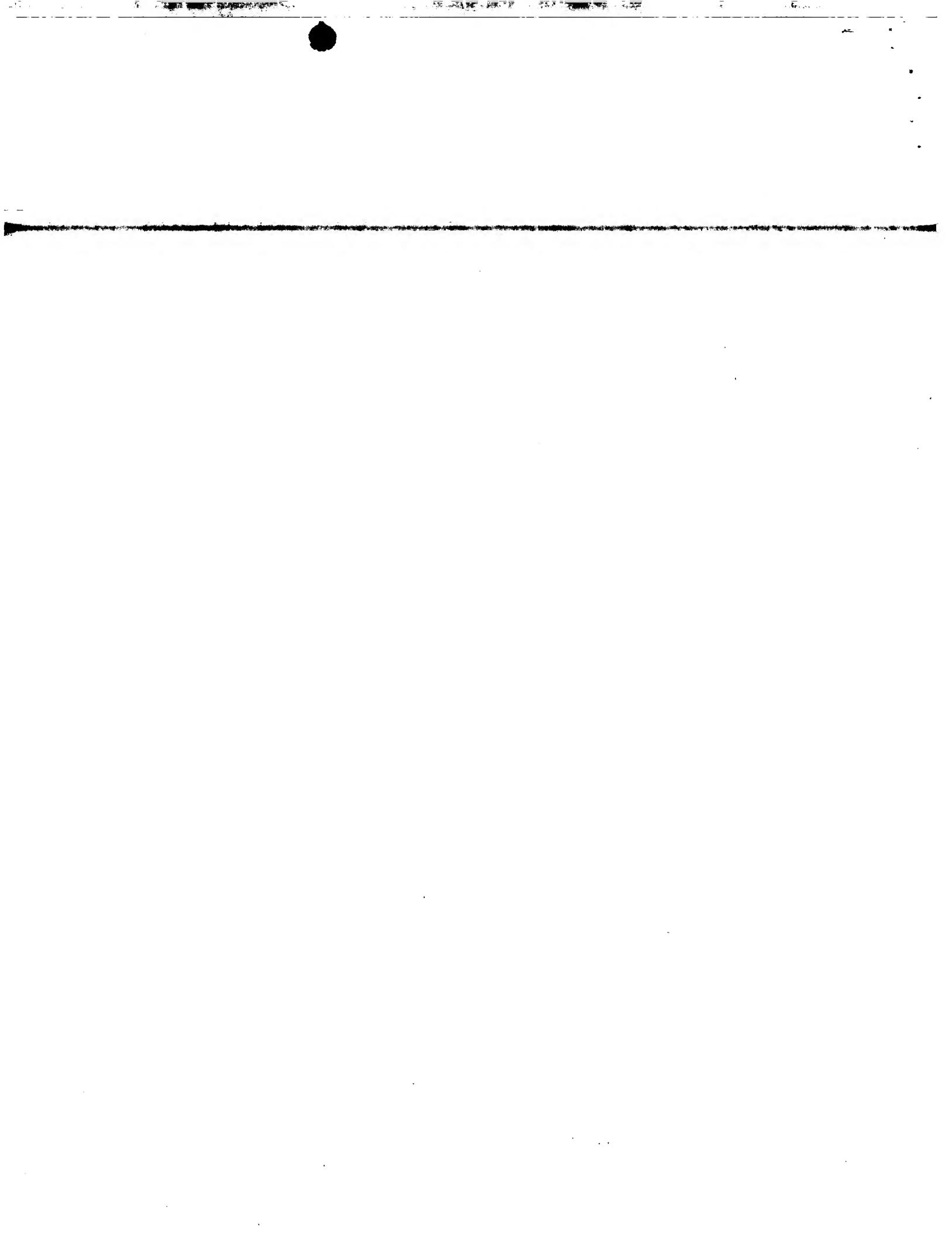
国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎
 - a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。
 この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。
 - b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。
 この国際出願に含まれる書面による配列表
 この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表
 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
 出願後に提出した書面による配列表が、出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。
 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。
2. 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。
3. 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。
4. 発明の名称は 出願人が提出したものと承認する。
 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は 出願人が提出したものと承認する。
 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。
6. 要約書とともに公表される図は、
 第 _____ 図とする。 出願人が示したとおりである. なし
 出願人は図を示さなかった。
 本図は発明の特徴を一層よく表している。



A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int. C17 C22C 1/05

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int. C17 C22C 1/05

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2001年
 日本国実用新案登録公報 1996-2001年
 日本国登録実用新案公報 1994-2001年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 2000-160268 A (田中貴金属工業株式会社), 13. 6月. 2000 (13. 06. 00) (ファミリーなし)	1-8

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06.09.01

国際調査報告の発送日

18.09.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

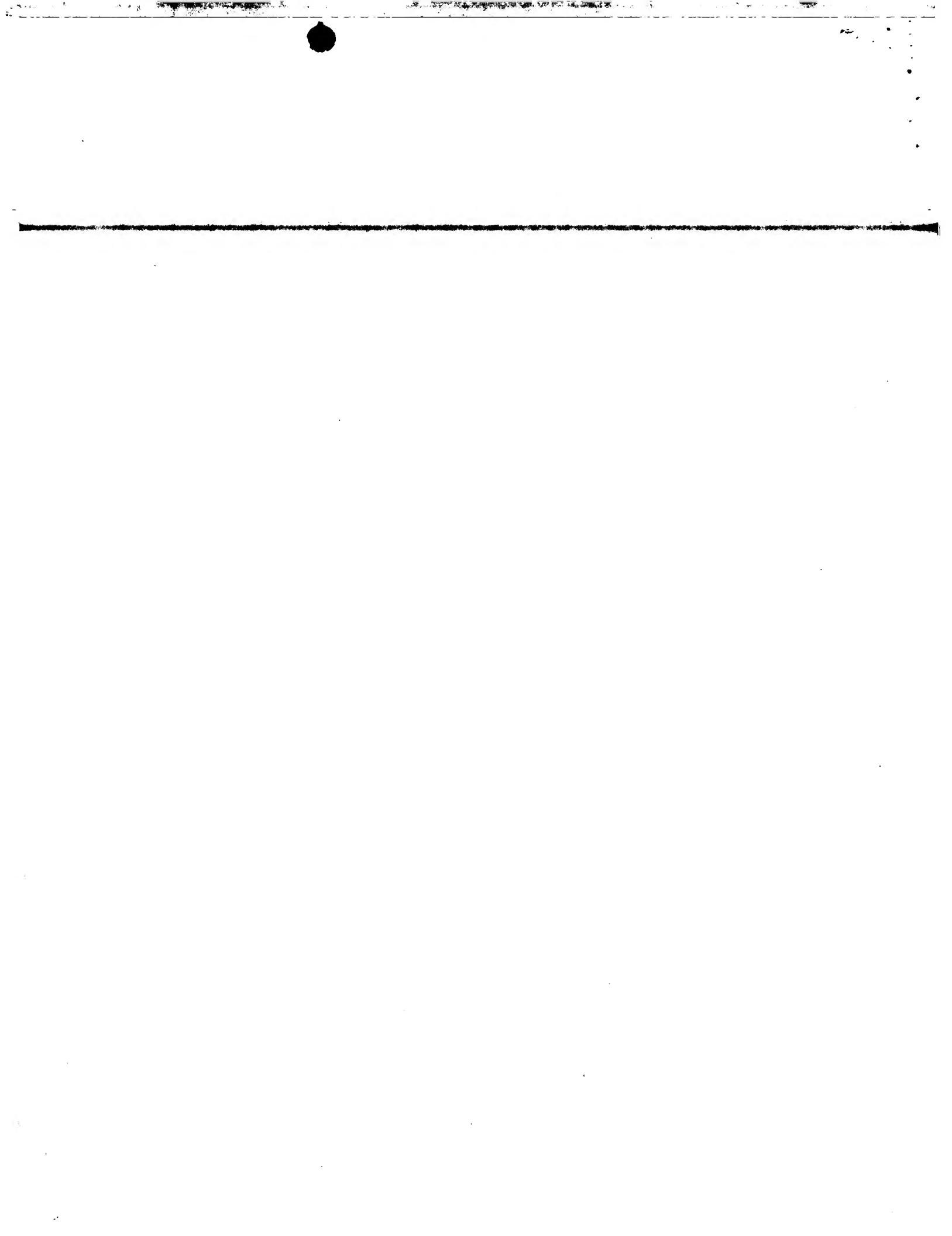
特許庁審査官（権限のある職員）

平塚 義三



4K 7371

電話番号 03-3581-1101 内線 6720





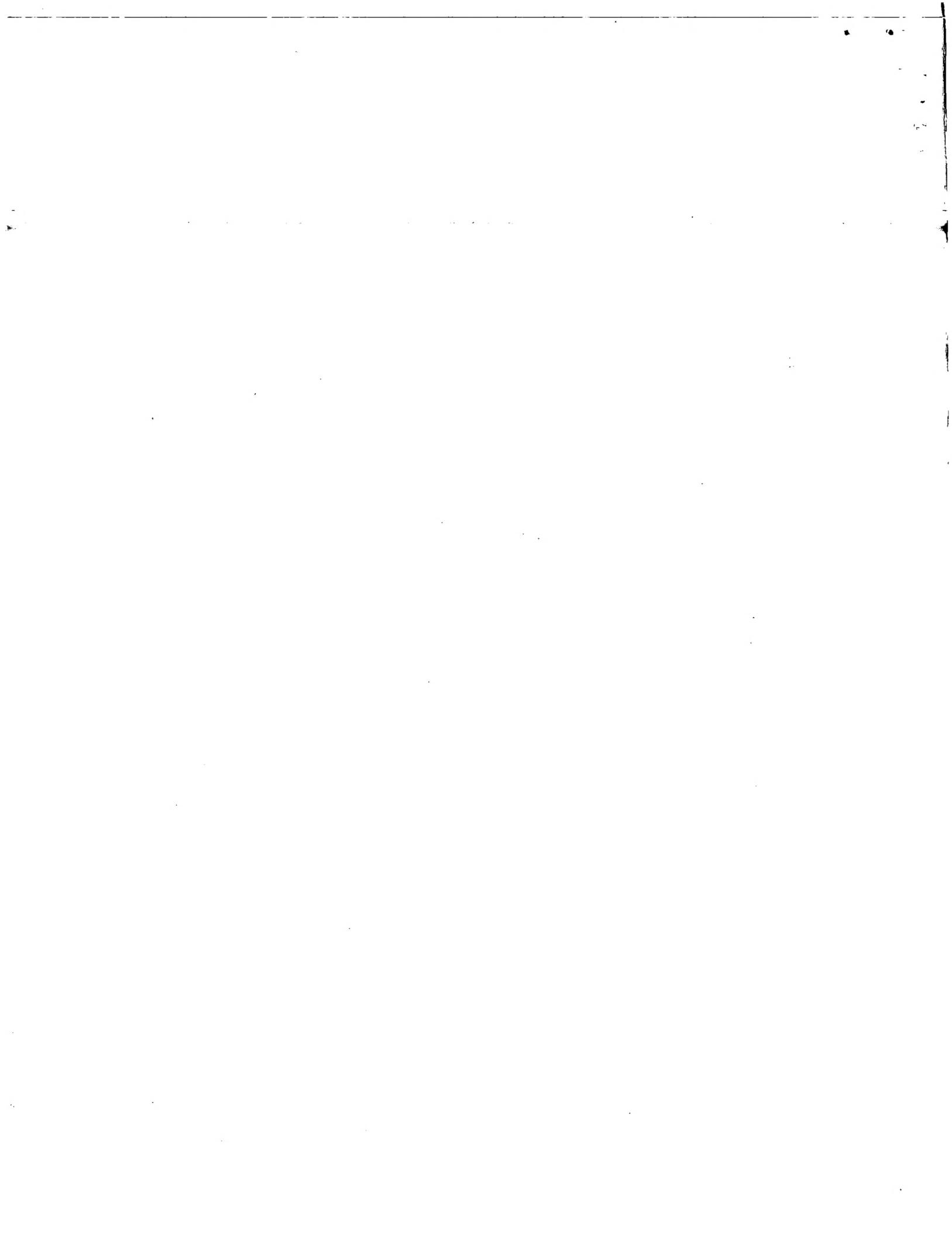
1/5

特許協力条約に基づく国際出願願書

原本 (出願用) - 印刷日時 2001年06月15日 (15. 06. 2001) 金曜日 11時59分48秒

TK0186PCT

0-1	受理官庁記入欄 国際出願番号.	
0-2	国際出願日	
0-3	(受付印)	
0-4	様式-PCT/R0/101 この特許協力条約に基づく国 際出願願書は、 右記によって作成された。	PCT-EASY Version 2.91 (updated 01. 01. 2001)
0-5	申立て 出願人は、この国際出願が特許 協力条約に従って処理されるこ とを請求する。	
0-6	出願人によって指定された受 理官庁	日本国特許庁 (R0/JP)
0-7	出願人又は代理人の書類記号	TK0186PCT
I	発明の名称	酸化物分散強化型白金材料の製造方法
II	出願人	出願人である (applicant only)
II-1	この欄に記載した者は	米国を除くすべての指定国 (all designated
II-2	右の指定国についての出願人で ある。	States except US)
II-4ja	名称	田中貴金属工業株式会社
II-4en	Name	TANAKA KIKINZOKU KOGYO K. K.
II-5ja	あて名:	103-8206 日本国 東京都 中央区
II-5en	Address:	日本橋茅場町2丁目6番6号 6-6, Nihonbashikayabacho, 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8206 Japan
II-6	国籍 (国名)	日本国 JP
II-7	住所 (国名)	日本国 JP
II-8	電話番号	03-3668-0111
II-9	ファクシミリ番号	03-3668-2967

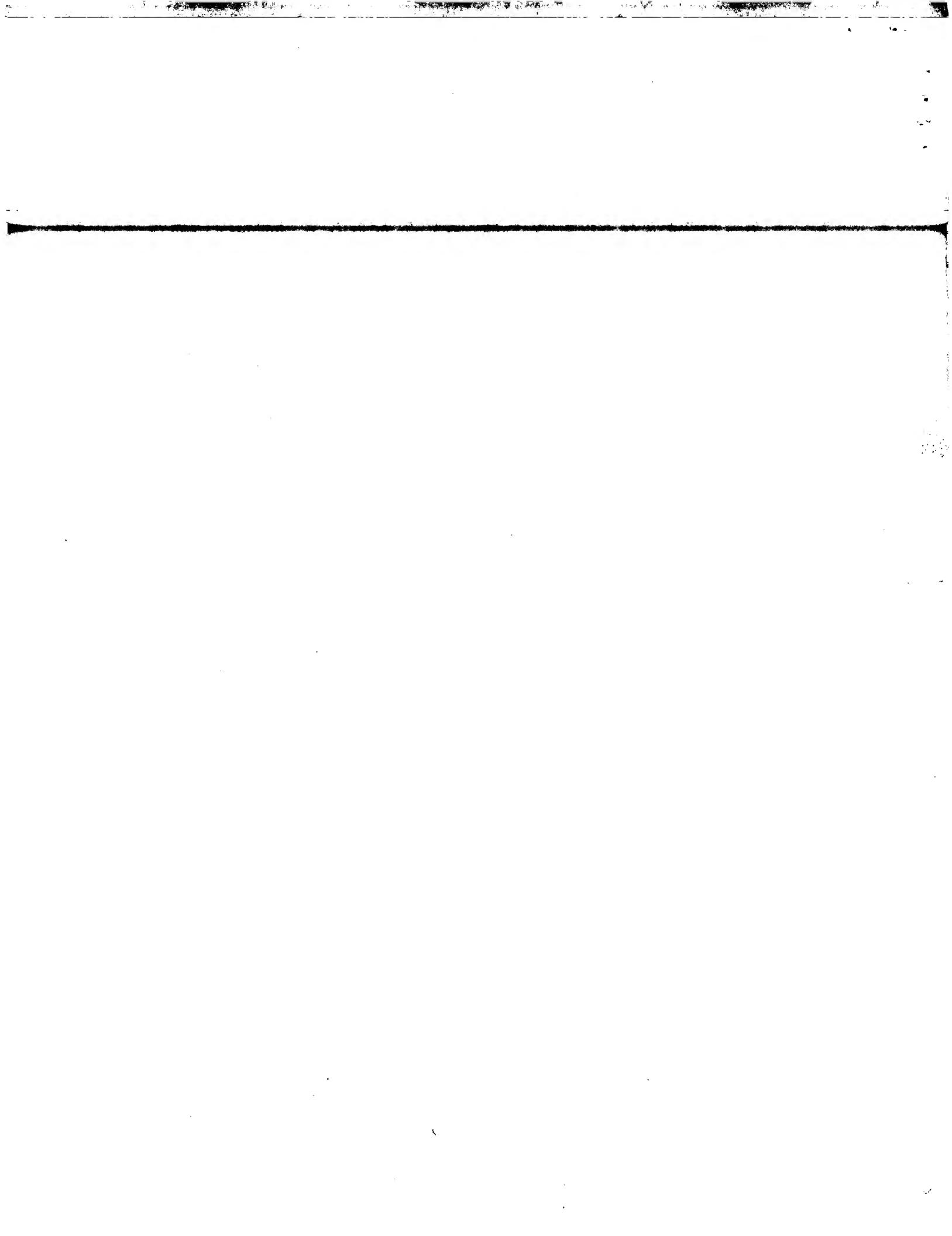


2001/06 SHOJI 2/5

TK0186PCT

特許協力条約に基づく国際出願願書
原本 (出願用) - 印刷日時 2001年06月15日 (15. 06. 2001) 金曜日 11時59分48秒

III-1 III-1-1	その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor) 米国のみ (US only)
III-1-2	右の指定国についての出願人で ある。 氏名 (姓名) Name (LAST, First)	庄司 亨 SYOJI, Toru 259-1146 日本国 神奈川県 伊勢原市 鈴川26番地 田中貴金属工業株式会社伊勢原工場内 c/o Tanaka Kikinzoku Kogyo K.K., Isehara Factory, 26, Suzukawa, Isehara-shi, Kanagawa 259-1146 Japan
III-1-4ja III-1-4en III-1-5ja	あて名:	日本国 JP
III-1-5en	Address:	日本国 JP
III-1-6 III-1-7	国籍 (国名) 住所 (国名)	日本国 JP
III-2 III-2-1	その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor) 米国のみ (US only)
III-2-2	右の指定国についての出願人で ある。 氏名 (姓名) Name (LAST, First)	人見聰一 HITOMI, Soichi 259-1146 日本国 神奈川県 伊勢原市 鈴川26番地 田中貴金属工業株式会社伊勢原工場内 c/o Tanaka Kikinzoku Kogyo K.K., Isehara Factory, 26, Suzukawa, Isehara-shi, Kanagawa 259-1146 Japan
III-2-4ja III-2-4en III-2-5ja	あて名:	日本国 JP
III-2-5en	Address:	日本国 JP
III-2-6 III-2-7	国籍 (国名) 住所 (国名)	日本国 JP

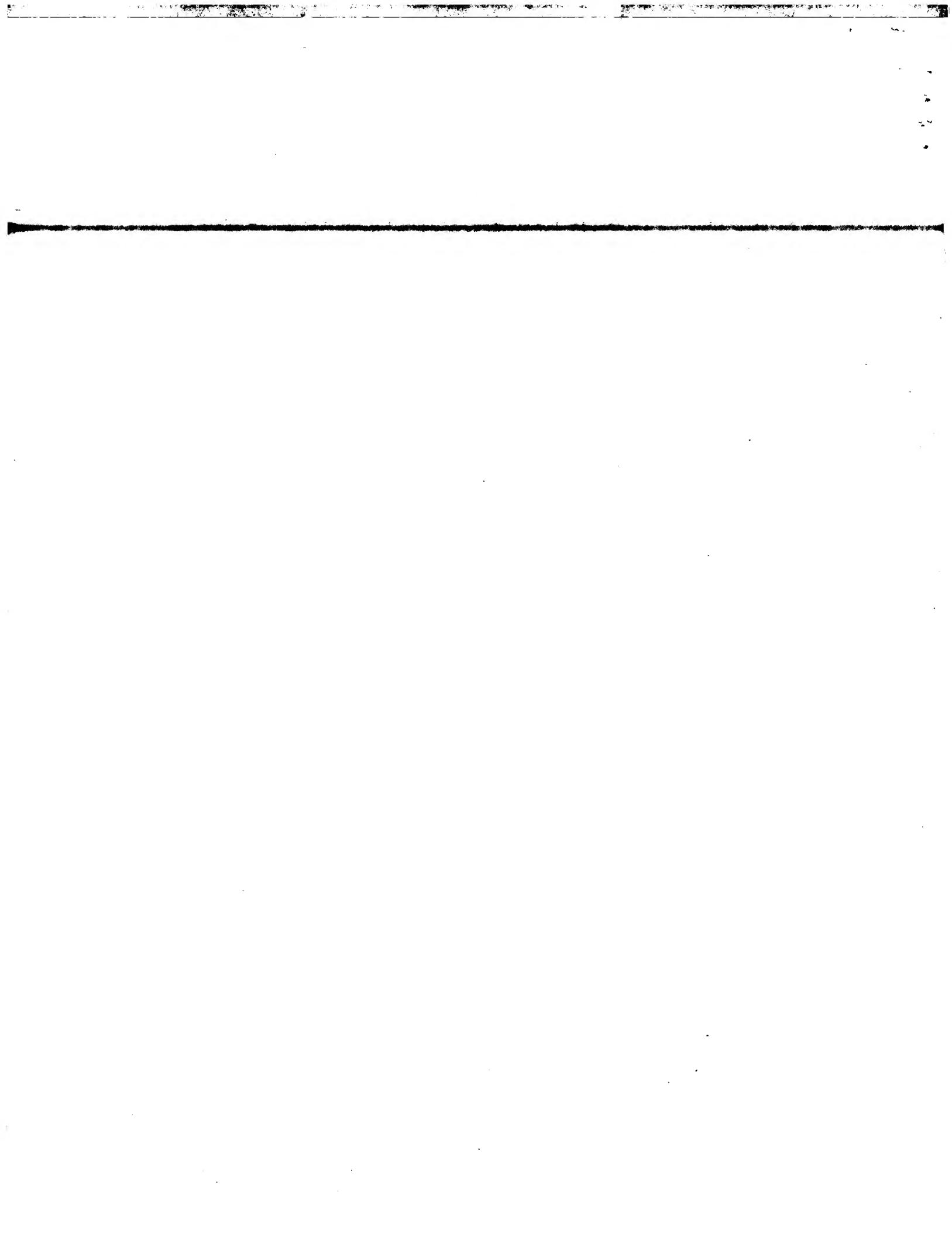


特許協力条約に基づく国際出願願書

原本(出願用) - 印刷日時 2001年06月15日 (15. 06. 2001) 金曜日 11時59分48秒

TK0186PCT

III-3 III-3-1	その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor) 米国のみ (US only)
III-3-2	右の指定国についての出願人で ある。	
III-3-4ja III-3-4en III-3-5ja	氏名(姓名) Name (LAST, First) あて名:	高木 美和 TAKAGI, Yoshikazu 259-1146 日本国 神奈川県 伊勢原市 鈴川26番地
III-3-5en	Address:	田中貴金属工業株式会社伊勢原工場内 c/o Tanaka Kikinzoku Kogyo K.K., Isehara Factory, 26, Suzukawa, Isehara-shi, Kanagawa 259-1146 Japan
III-3-6 III-3-7	国籍(国名) 住所(国名)	日本国 JP 日本国 JP
III-4 III-4-1	その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor) 米国のみ (US only)
III-4-2 III-4-4ja III-4-4en III-4-5ja	右の指定国についての出願人で ある。 氏名(姓名) Name (LAST, First) あて名:	渡辺 嘉伸 WATANABE, Yoshinobu 243-0213 日本国 神奈川県 厚木市 飯山字台の岡2453番21号
III-4-5en	Address:	田中貴金属工業株式会社厚木工場内 c/o Tanaka Kikinzoku Kogyo K.K., Atsugi Factory, 2453-21, Aza-dainooka, Iiyama, Atsugi-shi, Kanagawa 243-0213 Japan
III-4-6 III-4-7	国籍(国名) 住所(国名)	日本国 JP 日本国 JP
IV-1	代理人又は共通の代表者、通 知のあて名 下記の者は国際機関において右 記のごとく出願人のために行動 する。 氏名(姓名) Name (LAST, First) あて名:	代理人 (agent) 田中 大輔 TANAKA, Daisuke 113-0033 日本国 東京都 文京区 本郷1丁目15番2号 第1三沢ビル No. 1 Misawa Bldg., 15-2, Hongo 1-chome, Bunkyo-ku, Tokyo 113-0033 Japan
IV-1-2en	Address:	
IV-1-3 IV-1-4	電話番号 ファクシミリ番号	03-5805-3422 03-5805-3421



特許協力条約に基づく国際出願願書

原本(出願用) - 印刷日時 2001年06月15日 (15. 06. 2001) 金曜日 11時59分48秒

TK0186PCT

V		国の指定	EP: AT BE CH< CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE TR 及びヨーロッパ特許条約と特許協力条約の締約国である他の国 CA CN IN KR US
V-1	広域特許 (他の種類の保護又は取扱いを求める場合には括弧内に記載する。)		
V-2	国内特許 (他の種類の保護又は取扱いを求める場合には括弧内に記載する。)		
V-5	指定の確認の宣言 出願人は、上記の指定に加えて、規則4.9(b)の規定に基づき、特許協力条約のもとで認められる他の全ての国の指定を行う。ただし、V-6欄に示した国の指定を除く。出願人は、これらの追加される指定が確認を条件としていること、並びに優先日から15月が経過する前にその確認がなされない指定は、この期間の経過時に、出願人によって取り下げられたものとみなされることを宣言する。		
V-6	指定の確認から除かれる国 なし (NONE)		
VI-1	先の国内出願に基づく優先権主張 先の出願日 先の出願番号 国名		2000年06月28日 (28. 06. 2000) 特願2000-193990 日本国 JP
VI-2	優先権証明書送付の請求 上記の先の出願のうち、右記の番号のものについては、出願書類の認証謄本を作成し国際事務局へ送付することを、受理官庁に対して請求している。		VI-1
VII-1	特定された国際調査機関 (ISA) 日本国特許庁 (ISA/JP)		
VIII-1	照合欄	用紙の枚数	添付された電子データ
VIII-1-1	願書	5	-
VIII-2	明細書	12	-
VIII-3	請求の範囲	2	-
VIII-4	要約	1	tk0186 P C T. txt
VIII-5	図面	2	-
VIII-7	合計	22	
VIII-8	添付書類 手数料計算用紙	添付	添付された電子データ
VIII-9	別個の記名押印された委任状	✓	-
VIII-10	包括委任状の写し	✓	-
VIII-16	PCT-EASYディスク	-	フレキシブルディスク
VIII-17	その他 納付する手数料に相当する特許印紙を貼付した書面		-
VIII-17	その他 国際事務局の口座への振込みを証明する書面	-	



特許協力条約に基づく国際出願願書

原本(出願用) - 印刷日時 2001年06月15日 (15.06.2001) 金曜日 11時59分48秒

TK0186PCT

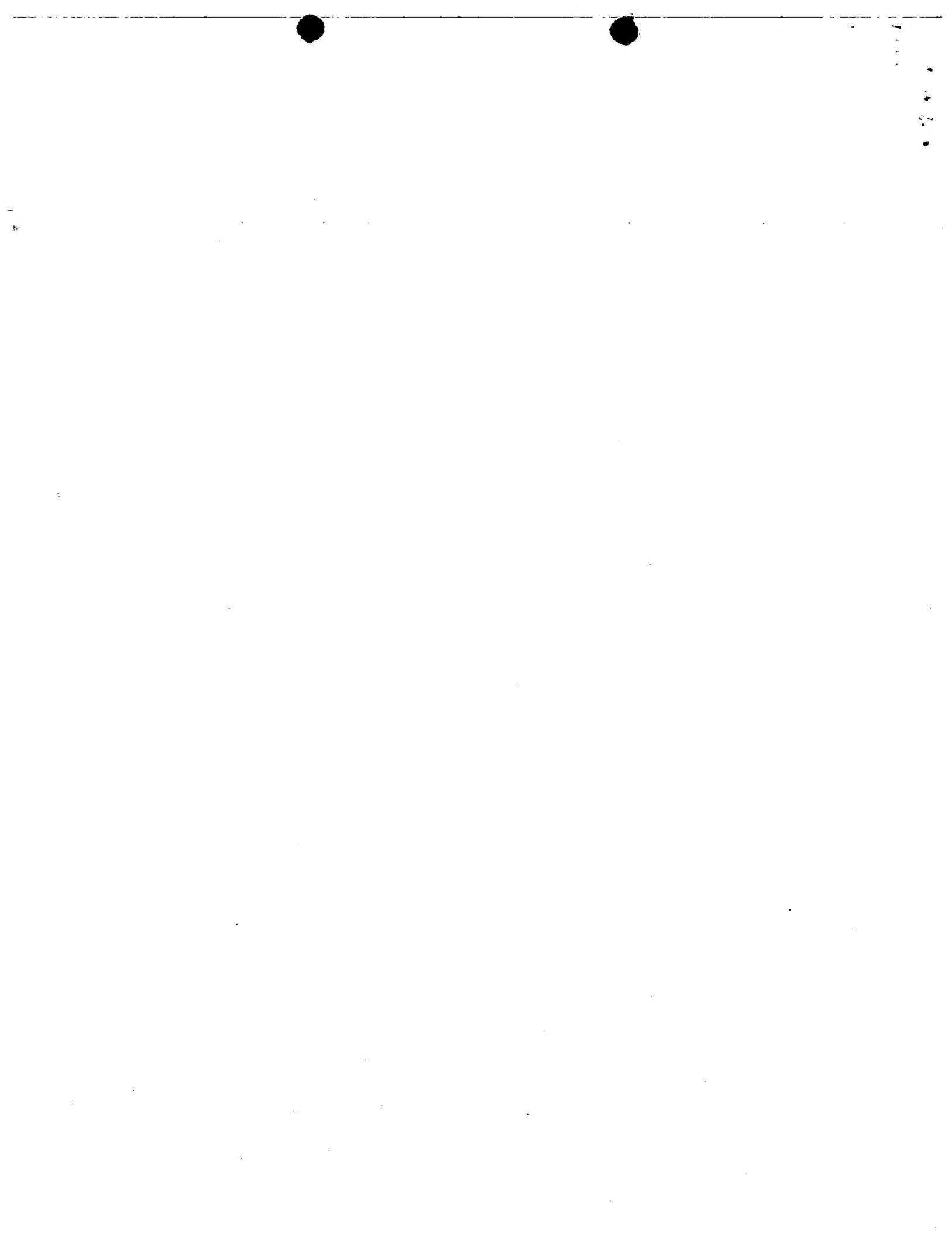
VIII-18	要約書とともに提示する図の番号	
VIII-19	国際出願の使用言語名:	日本語 (Japanese)
TX-1	提出者の記名押印	
IX-1-1	氏名(姓名)	田中 大輔

受理官庁記入欄

10-1	国際出願として提出された書類の実際の受理の日	
10-2	図面:	
10-2-1	受理された	
10-2-2	不足図面がある	
10-3	国際出願として提出された書類を補完する書類又は図面であってその後期間内に提出されたものの実際の受理の日(訂正日)	
10-4	特許協力条約第11条(2)に基づく必要な補完の期間内の受理の日	
10-5	出願人により特定された国際調査機関	ISA/JP
10-6	調査手数料未払いにつき、国際調査機関に調査用写しを送付していない	

国際事務局記入欄

II-1	記録原本の受理の日	
------	-----------	--



PATENT COOPERATION TREATY

PCT

**NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT**

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

TANAKA, Daisuke
No.1 Misawa Bldg., 15-2, Hongo 1-chome
Bunkyo-ku, Tokyo 113-0033
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 19 October 2001 (19.10.01)			
Applicant's or agent's file reference TK0186PCT	IMPORTANT NOTIFICATION		
International application No. PCT/JP01/05127	International filing date (day/month/year) 15 June 2001 (15.06.01)		
International publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 28 June 2000 (28.06.00)		
Applicant TANAKA KIKINZOKU KOGYO K.K. et al			
<p>1. The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).</p> <p>2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.</p> <p>3. An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.</p> <p>4. The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.</p>			
<u>Priority date</u> 28 June 2000 (28.06.00)	<u>Priority application No.</u> 2000/193990	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u> JP	<u>Date of receipt of priority document</u> 03 Augu 2001 (03.08.01)

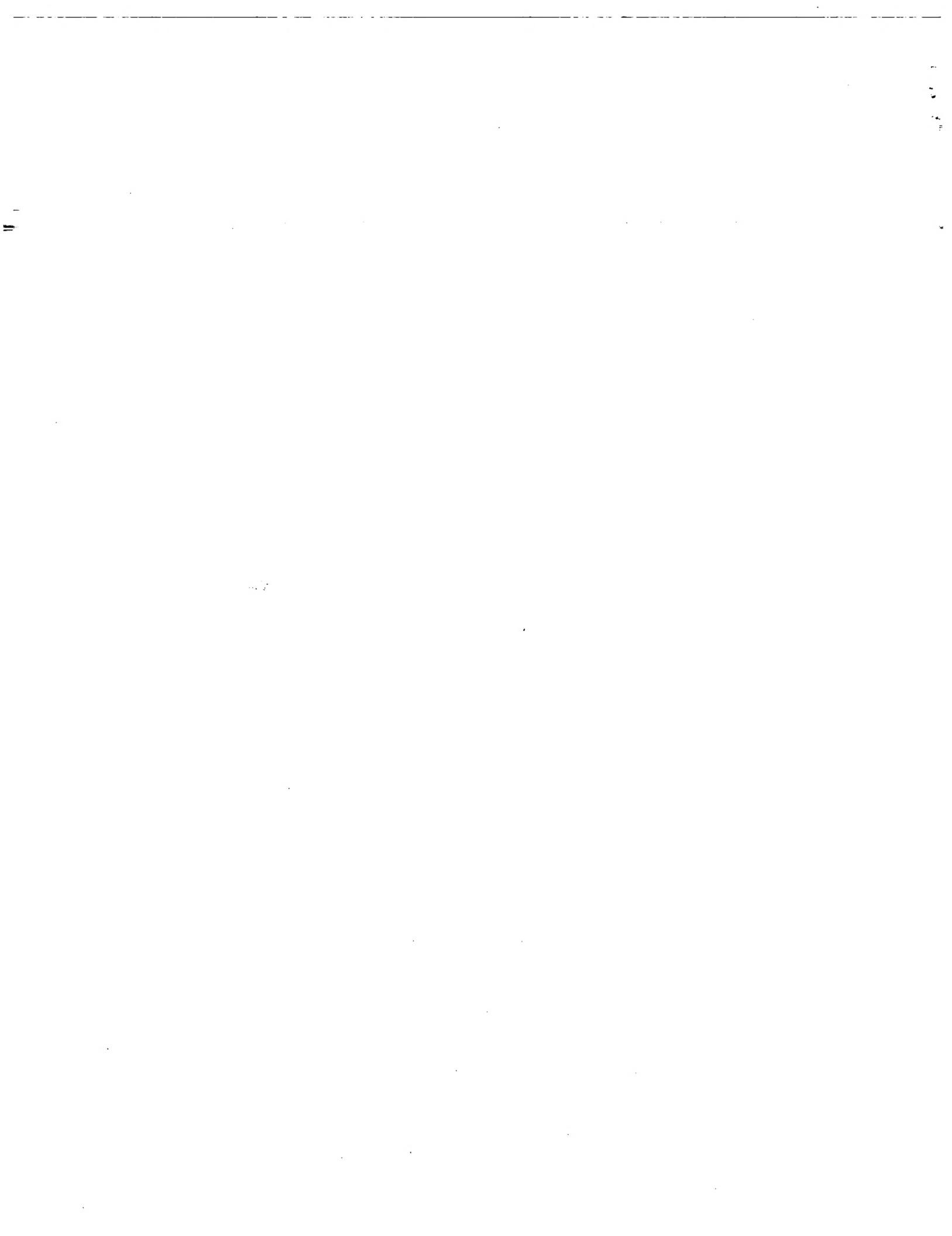
The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer

David MALEK

Telephone No. (41-22) 338.83.38



PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF RECEIPT OF
RECORD COPY

(PCT Rule 24.2(a))

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

TANAKA, Daisuke
 No.1 Misawa Bldg., 15-2, Hongo 1-chome
 Bunkyo-ku, Tokyo 113-0033
 JAPON

Date of mailing (day/month/year) 13 July 2001 (13.07.01)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference TK0186PCT	International application No. PCT/JP01/05127

The applicant is hereby notified that the International Bureau has received the record copy of the international application as detailed below.

Name(s) of the applicant(s) and State(s) for which they are applicants:

TANAKA KIKINZOKU KOGYO K.K. (for all designated States except US)
 SYOJI, Toru et al (for US)

International filing date : 15 June 2001 (15.06.01)
 Priority date(s) claimed : 28 June 2000 (28.06.00)
 Date of receipt of the record copy by the International Bureau : 29 June 2001 (29.06.01)
 List of designated Offices :

EP :AT,BE,CH,CY,DE,DK,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,TR
 National :CA,CN,IN,KR,US

ATTENTION

The applicant should carefully check the data appearing in this Notification. In case of any discrepancy between these data and the indications in the international application, the applicant should immediately inform the International Bureau.

In addition, the applicant's attention is drawn to the information contained in the Annex, relating to:

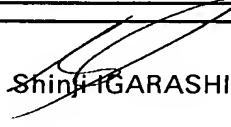
- time limits for entry into the national phase
- confirmation of precautionary designations
- requirements regarding priority documents

A copy of this Notification is being sent to the receiving Office and to the International Searching Authority.

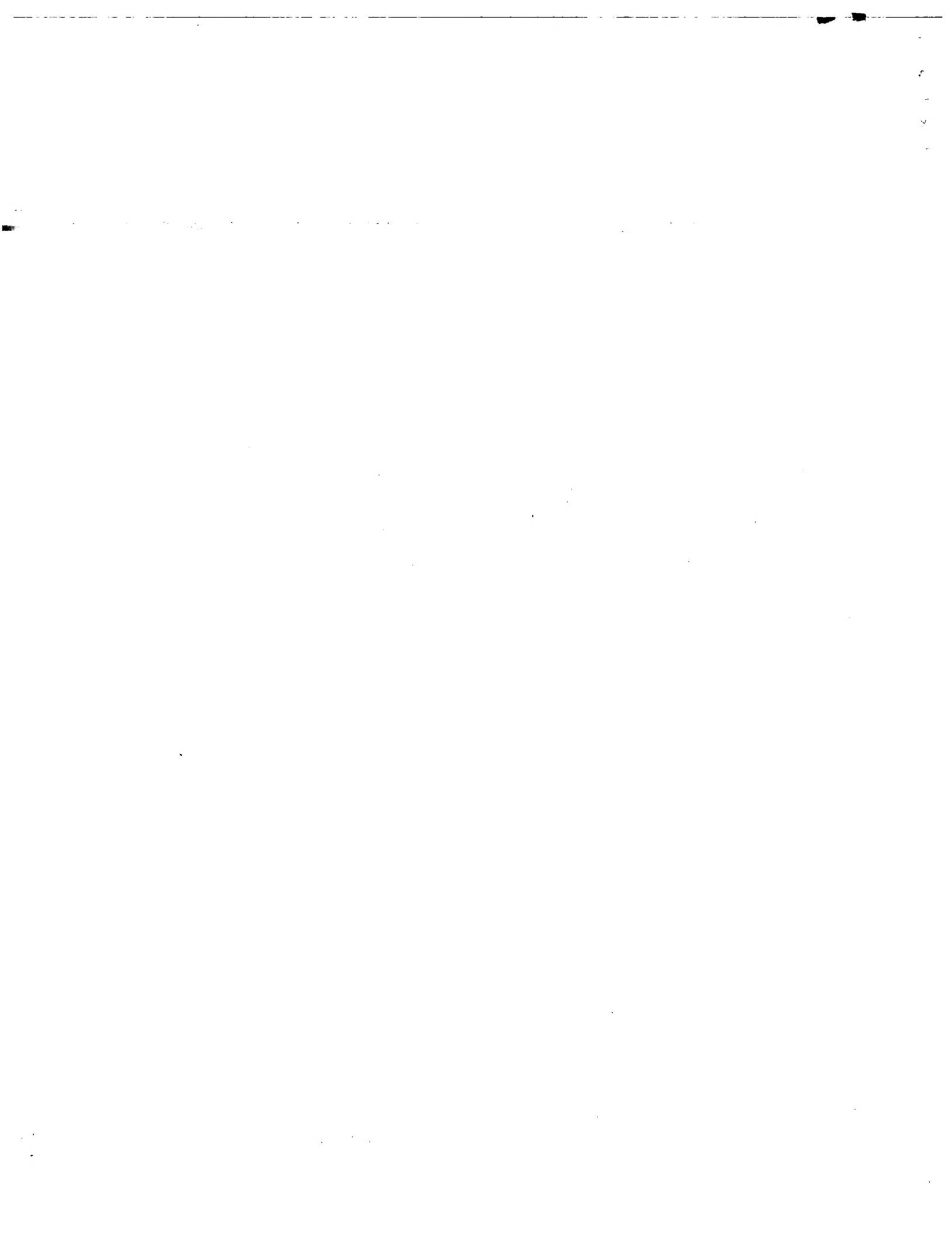
The International Bureau of WIPO
 34, chemin des Colombettes
 1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer:


 Shinji GARASHI

Telephone No. (41-22) 338.83.38



INFORMATION ON TIME LIMITS FOR ENTERING THE NATIONAL PHASE

The applicant is reminded that the "national phase" must be entered before each of the designated Offices indicated in the Notification of Receipt of Record Copy (Form PCT/IB/301) by paying national fees and furnishing translations, as prescribed by the applicable national laws.

The time limit for performing these procedural acts is **20 MONTHS** from the priority date or, for those designated States which the applicant elects in a demand for international preliminary examination or in a later election, **30 MONTHS** from the priority date, provided that the election is made before the expiration of 19 months from the priority date. Some designated (or elected) Offices have fixed time limits which expire even later than 20 or 30 months from the priority date. In other Offices an extension of time or grace period, in some cases upon payment of an additional fee, is available.

In addition to these procedural acts, the applicant may also have to comply with other special requirements applicable in certain Offices. **It is the applicant's responsibility** to ensure that the necessary steps to enter the national phase are taken in a timely fashion. Most designated Offices do not issue reminders to applicants in connection with the entry into the national phase.

For detailed information about the procedural acts to be performed to enter the national phase before each designated Office, the applicable time limits and possible extensions of time or grace periods, and any other requirements, see the relevant Chapters of Volume II of the PCT Applicant's Guide. Information about the requirements for filing a demand for international preliminary examination is set out in Chapter IX of Volume I of the PCT Applicant's Guide.

GR and ES became bound by PCT Chapter II on 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, and may, therefore, be elected in a demand or a later election filed on or after 7 September 1996 and 6 September 1997, respectively, regardless of the filing date of the international application. (See second paragraph above.)

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

CONFIRMATION OF PRECAUTIONARY DESIGNATIONS

This notification lists only specific designations made under Rule 4.9(a) in the request. It is important to check that these designations are correct. Errors in designations can be corrected where precautionary designations have been made under Rule 4.9(b). The applicant is hereby reminded that any precautionary designations may be confirmed according to Rule 4.9(c) before the expiration of 15 months from the priority date. If it is not confirmed, it will automatically be regarded as withdrawn by the applicant. There will be no reminder and no invitation. Confirmation of a designation consists of the filing of a notice specifying the designated State concerned (with an indication of the kind of protection or treatment desired) and the payment of the designation and confirmation fees. Confirmation must reach the receiving Office within the 15-month time limit.

REQUIREMENTS REGARDING PRIORITY DOCUMENTS

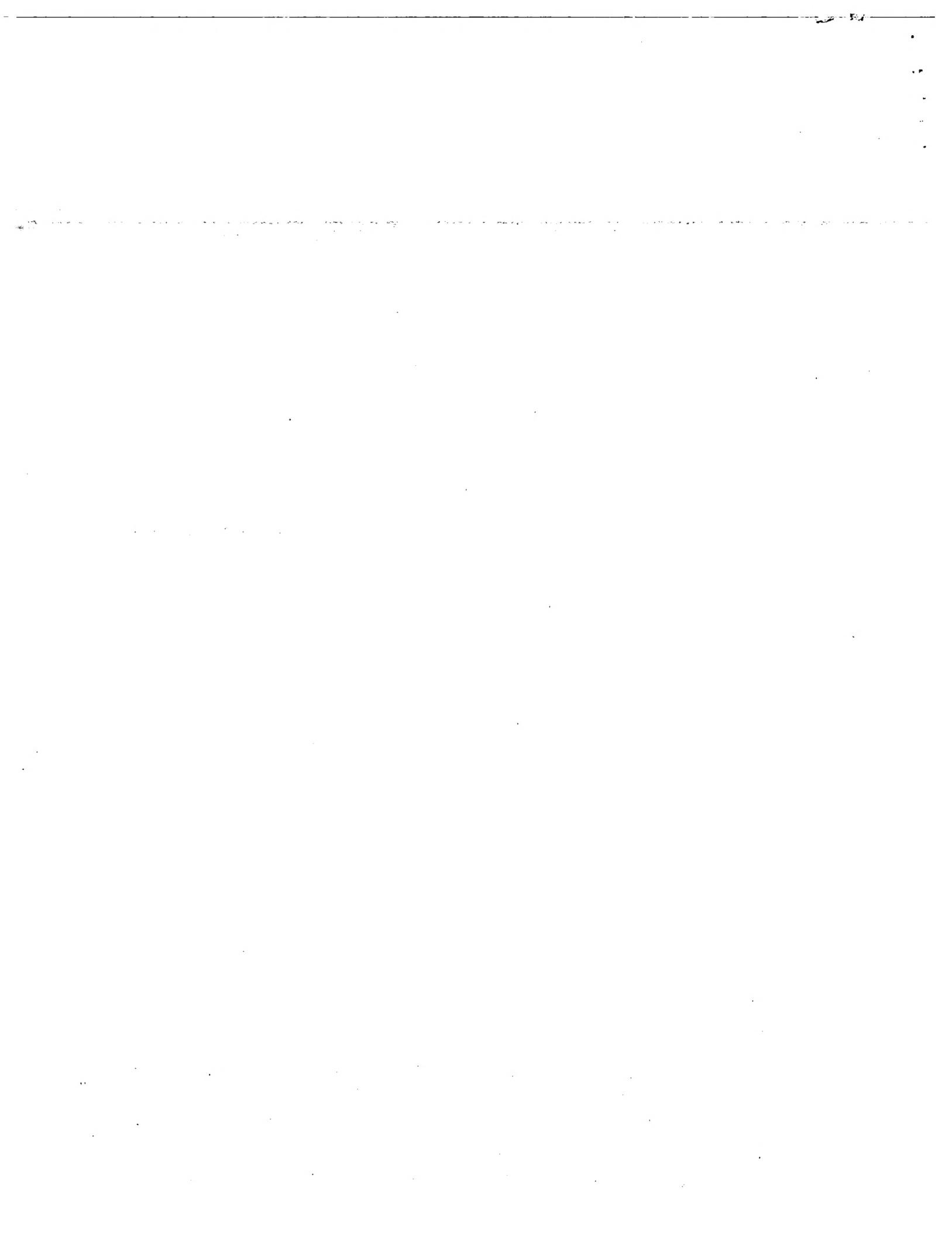
For applicants who have not yet complied with the requirements regarding priority documents, the following is recalled.

Where the priority of an earlier national, regional or international application is claimed, the applicant must submit a copy of the said earlier application, certified by the authority with which it was filed ("the priority document") to the receiving Office (which will transmit it to the International Bureau) or directly to the International Bureau, before the expiration of 16 months from the priority date, provided that any such priority document may still be submitted to the International Bureau before that date of international publication of the international application, in which case that document will be considered to have been received by the International Bureau on the last day of the 16-month time limit (Rule 17.1(a)).

Where the priority document is issued by the receiving Office, the applicant may, instead of submitting the priority document, request the receiving Office to prepare and transmit the priority document to the International Bureau. Such request must be made before the expiration of the 16-month time limit and may be subjected by the receiving Office to the payment of a fee (Rule 17.1(b)).

If the priority document concerned is not submitted to the International Bureau or if the request to the receiving Office to prepare and transmit the priority document has not been made (and the corresponding fee, if any, paid) within the applicable time limit indicated under the preceding paragraphs, any designated State may disregard the priority claim, provided that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Where several priorities are claimed, the priority date to be considered for the purposes of computing the 16-month time limit is the filing date of the earliest application whose priority is claimed.



特許協力条約

発信人 日本国特許庁（受理官庁）

出願人代理人

田中 大輔

あて名

〒113-0033

東京都文京区本郷1丁目15番2号 第1三
沢ビル 田中内外国特許事務所

PCT/JP01/05127

RO105

P C T

国際出願番号及び 国際出願日の通知書

(法施行規則第22条、第23条)
〔PCT規則20.5(c)〕

発送日（日、月、年）

26.06.01

出願人又は代理人 の書類記号	TK0186PCT	重 要 な 通 知	
国際出願番号 PCT/JP01/05127	国際出願日（日、月、年） 15.06.01	優先日（日、月、年） 28.06.00	
出願人（氏名又は名称） 田中貴金属工業株式会社			

1. この国際出願は、上記の国際出願番号及び国際出願日が付与されたことを通知する。

記録原本は、26日06月01年に国際事務局に送付した。

注 意

- a. 国際出願番号は、特許協力条約を表示する「PCT」の文字、斜線、受理官庁を表示する2文字コード（日本の場合JP）、西暦年の最後から2桁の数字、斜線、及び5桁の数字からなっています。
- b. 国際出願日は、「特許協力条約に基づく国際出願に関する法律」第4条第1項の要件を満たした国際出願に付与されます。
- c. あて名等を変更したときは、速やかにあて名の変更届等を提出して下さい。
- d. 電子計算機による漢字処理のため、漢字の一部を当用漢字、又は、仮名に置き換えて表現してある場合もありますので御了承下さい。
- e. この通知に記載された出願人のあて名、氏名（名称）に誤りがあるときは申出により訂正します。
- f. 国際事務局は、受理官庁から記録原本を受領した場合には、出願人にその旨を速やかに通知（様式PCT/IB/301）する。記録原本を優先日から14箇月が満了しても受領していないときは、国際事務局は出願人にその旨を通知する。〔PCT規則22.1(c)〕

名称及びあて名

日本国特許庁 (RO/JP)
郵便番号 100-8915 TEL 03-3592-1308
日本国東京都千代田区霞が関三丁目4番3号
様式PCT/RO/105 (1998年7月)

権限のある職員

特許庁長官

